



UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DE PERNAMBUCO
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
CURSO DE LICENCIATURA EM QUÍMICA

ANNE KATARINE PEREIRA DE SANTANA

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE CATALISADOR HETEROGÊNEO A BASE
DE ESTERCO PARA PRODUÇÃO DE BIODIESEL**

RECIFE

2025

ANNE KATARINE PEREIRA DE SANTANA

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE CATALISADOR HETEROGÊNEO A BASE
DE ESTERCO PARA PRODUÇÃO DE BIODIESEL**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Licenciatura Plena em Química da Universidade Federal Rural de Pernambuco, como requisito parcial para obtenção do título de licenciada em química.

Orientadora: Prof^a Dra. Claudia Cristina
Cardoso da Silva.

RECIFE

2025

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Sistema Integrado de Bibliotecas da UFRPE
Bibliotecária Suely Manzi – CRB/4 - 809I

S232s Santana, Anne Katarine Pereira de
Síntese e caracterização de catalisador heterogêneo a base de esterco para produção de biodiesel / Anne Katarine Pereira de Santana. – 2025.
66 f.: il.

Orientadora: Claudia Cristina Cardoso da Silva.
Trabalho de Conclusão de Curso (Licenciatura em Química) –
Universidade Federal Rural de Pernambuco, Departamento de
Química, Recife, BR-PE, 2025.

Inclui referências e apêndice(s).

1. Química – Estudo e ensino 2. Esterco 3. Adubo orgânico animal
4. Biodiesel 5. Catalisadores I. Silva, Claudia Cristina Cardoso da,
orient. II. Título

CDD 540

ANNE KATARINE PEREIRA DE SANTANA

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE CATALISADOR HETEROGÊNEO A BASE
DE ESTERCO PARA PRODUÇÃO DE BIODIESEL**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Licenciatura Plena em Química da Universidade Federal Rural de Pernambuco, como requisito parcial para obtenção do título de licenciada em química.

Aprovado em: 06/08/2025

BANCA EXAMINADORA

Prof^ª. Dra. Claudia Cristina Cardoso da Silva (Orientadora)

Universidade Federal Rural de Pernambuco

Prof^ª. Dra. Ivoneide de Carvalho Lopes Barros

Universidade Federal Rural de Pernambuco

Prof^ª. Dra. Carolina Alves de Araujo

Universidade Federal Rural de Pernambuco

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, minha mais profunda gratidão a Deus. Em cada passo da minha jornada, Sua luz me guiou, e Sua fé me fortaleceu para superar cada desafio. Sua presença constante é meu porto seguro, uma fonte inesgotável de conforto e esperança. Sei que cada obstáculo vencido e cada montanha escalada revelaram uma lição valiosa que Ele queria me ensinar.

Aos meus pais, Rivaldo e Ana, toda a minha admiração e carinho pelo amor incondicional, apoio incansável e sacrifícios feitos ao longo de toda a minha vida. Ao meu irmão, Pedro, nossa conexão vai muito além dos laços de sangue; é a cumplicidade que nos une e nos torna inseparáveis.

Com carinho e saudade, presto homenagem à minha avó, Rosemira (*in memoriam*). Ela foi uma mulher extraordinária que, com sua fé inabalável, força e coragem, construiu uma família unida e cheia de amor.

Sou imensamente grata a toda a família Santana. Vocês foram meu farol em meio à escuridão, o abrigo que me acolheu e o amor que me nutriu. Em especial, agradeço às minhas tias Lili, Janinha, Suely, Ceça, Delânia, Ana e Zanza e aos meus tios Sandro, Mazinho, Ricardo e Júnior, e a todos os meus muitos primos e primas. Cada momento, cada ensinamento, cada gesto de carinho – nada foi em vão. Está tudo em mim. Sou abençoada por ter a sorte de tê-los em minha vida!

Aos amigos, que estiveram sempre ao meu lado, oferecendo uma amizade sincera e apoio inestimável durante todo o período de dedicação a este trabalho.

Às pessoas com quem tive o prazer de conviver ao longo desses anos de curso, que me incentivaram e que, sem dúvida, tiveram um impacto significativo na minha formação acadêmica.

À minha orientadora, Prof^a Dr^a. Claudia Cristina Cardoso, minha gratidão por ter me acolhido como aluna durante a minha graduação. Agradeço a confiança em meu trabalho, o respeito, os ensinamentos, a compreensão, os sábios conselhos e a constante disponibilidade sempre que precisei.

Agradeço também aos professores e funcionários do Departamento de Química (DQ) e da Universidade Federal Rural de Pernambuco (UFRPE).

Reconheço o apoio fundamental de diversas instituições e laboratórios para a realização desta pesquisa: CENAPESQ-UFRPE; DQF-UFPE pelas análises de FTIR; Departamento de Física-UFPE pela caracterização de DRX; Ciências dos Materiais-UFPE pela caracterização de MEV-EDS e aos laboratórios de ensino do DQ-UFRPE.

Por fim, agradeço ao PIBIC/CNPq/UFRPE, pelo apoio financeiro essencial para o desenvolvimento desta pesquisa.

RESUMO

O estudo explora o potencial do esterco de animais rurais (bovino, suíno, caprino, ovino e galinha) como catalisadores sustentáveis e de baixo custo para a produção de biodiesel, uma alternativa energética renovável. A metodologia envolveu a coleta dos estercos no Instituto Federal de Pernambuco (IFPE) – Campus Vitória de Santo Antão, seguida por secagem e calcinação. Na etapa de secagem, o esterco de cabra apresentou o maior rendimento (86,76%), enquanto o bovino obteve o menor (19,78%). Após a calcinação em mufla à 900 °C por 3 h, o bovino destacou-se com o maior rendimento (89,90%) e o de galinha apresentou o menor (59,35%). A caracterização dos óxidos foi realizada por Espectroscopia na região do Infravermelho por Transformada de Fourier com Refletância Total Atenuada (FTIR-ATR), Difração de Raios-X (DRX), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS). O FTIR revelou a presença de grupos orgânicos, sílica, carbonatos e fosfatos nos estercos secos. Após a calcinação, o FTIR indicou a formação de óxido de cálcio (CaO) e a persistência de sílica e fosfatos. O DRX, identificou as fases cristalinas predominantes nos catalisadores calcinados, destacando a presença de óxido de cálcio (CaO), β -fosfato tricálcico ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$) e sílica (SiO_2). O MEV evidenciou a morfologia irregular dos catalisadores calcinados, resultado da alta temperatura de calcinação, que causa a volatilização de materiais orgânicos e liberação de CO_2 para formação dos óxidos. A análise por EDS quantificou elementos como cálcio, silício, fósforo, potássio e magnésio. Os resultados indicaram uma predominância de cálcio nos óxidos de galinha (33,2%), porco e vaca (~24%). O Óxido-Porco se destacou pela maior presença de magnésio (11,4%) e estrôncio (0,2%). Em contraste, o Óxido-Ovelha apresentou baixas concentrações de cálcio e magnésio, mas um alto teor de silício (19,5%). A síntese do biodiesel foi conduzida por transesterificação do óleo de soja refinado com metanol, empregando 5% (m/m) do catalisador de esterco, sob refluxo por 5 h. Todas as reações foram realizadas sob a mesma condição, mudando-se apenas a natureza do catalisador. A formação do biodiesel foi confirmada por cromatografia em camada delgada (CCD). Após a reação, o catalisador foi isolado por filtração, o biodiesel foi separado da glicerina por centrifugação e o excesso do álcool foi removido por rota-evaporação resultando em um produto translúcido. Os rendimentos de reação variaram conforme o catalisador utilizado: Óxido-Ovelha (78,1%), Óxido-Galinha (65,5%), Óxido-Porco (49,8%), Óxido-Cabra (44,1%) e Óxido-Vaca (40,1%). A caracterização final do biodiesel por FTIR confirmou a formação dos ésteres metílicos, e a análise dos catalisadores recuperados por FTIR

indicou a formação de gliceróxido de cálcio, atuando como um intermediário ativo na reação. Este estudo demonstra a promissora aplicação dos esterco animais como catalisadores para a produção sustentável de biodiesel, contribuindo para o avanço de energias renováveis.

Palavras-chave: Esterco, Catalisador heterogêneo, Biodiesel.

ABSTRACT

The study explores the potential of rural animal manures (bovine, swine, goat, sheep, and chicken) as sustainable and low-cost catalysts for biodiesel production, a renewable energy alternative. The methodology involved collecting the manures at the Federal Institute of Pernambuco (IFPE) – Vitória de Santo Antão Campus, followed by drying and calcination. During the drying stage, goat manure showed the highest yield (86.76%), while bovine manure had the lowest (19.78%). After calcination in a muffle furnace at 900 °C for 3 hours, bovine manure stood out with the highest yield (89.90%), and chicken manure showed the lowest (59.35%). The characterization of the oxides was performed using Fourier Transform Infrared Spectroscopy with Attenuated Total Reflectance (FTIR-ATR), X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), and Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS). FTIR revealed the presence of organic groups, silica, carbonates, and phosphates in the dried manures. After calcination, FTIR indicated the formation of calcium oxide (CaO) along with the persistence of silica and phosphates. XRD identified the predominant crystalline phases in the calcined catalysts, highlighting the presence of calcium oxide (CaO), β -tricalcium phosphate ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$), and silica (SiO_2). SEM revealed the irregular morphology of the calcined catalysts, a result of the high calcination temperature, which causes the volatilization of organic materials and CO_2 release during oxide formation. EDS analysis quantified elements such as calcium, silicon, phosphorus, potassium, and magnesium. The results indicated a predominance of calcium in chicken (33.2%), swine, and bovine (~24%) oxides. Swine oxide stood out for its higher magnesium (11.4%) and strontium (0.2%) content. In contrast, sheep oxide showed low concentrations of calcium and magnesium but a high silicon content (19.5%). Biodiesel synthesis was carried out via transesterification of refined soybean oil with methanol, using 5% (w/w) of the manure-derived catalyst under reflux for 5 hours. All reactions were performed under the same conditions, varying only the nature of the catalyst. Biodiesel formation was confirmed by thin-layer chromatography (TLC). After the reaction, the catalyst was isolated by filtration, biodiesel was separated from glycerol by centrifugation, and excess alcohol was removed by rotary evaporation, resulting in a translucent product. Reaction yields varied depending on the catalyst used: Sheep Oxide (78.1%), Chicken Oxide (65.5%), Swine Oxide (49.8%), Goat Oxide (44.1%), and Bovine Oxide (40.1%). Final FTIR characterization of the biodiesel confirmed the formation of methyl esters, and FTIR analysis of the recovered catalysts indicated the formation of calcium glyceroxide, acting as an active intermediate in the reaction. This study demonstrates the

promising application of animal manures as catalysts for sustainable biodiesel production, contributing to the advancement of renewable energy.

Keywords: Manure, Catalyst, Biodiesel.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Reação de Transesterificação	13
Figura 2 – (a), (b), (c), (d), (e) Coleta dos esterco de porco, vaca, ovelha, galinha e cabra no Campus IFPE de Vitória de Santo	25
Figura 3 – (a) Esterco coletados, (b) Estufa MA 033 – Marconi, (c) Peneira Granulométrica, (d) Rejeitos da peneiração e amostra peneirada	26
Figura 4 – (a) Mufla Linn Elektro Therm, (b) Esterco calcinado	26
Figura 5 – (a) Sistema da reação, (b) Sistema de aquecimento do óleo	28
Figura 6 – (a) Evaporador rotativo Marconi MA-120, (b) Centrífuga Kacil modelo CE01-A1	29 31
Quadro 1 – Dados de rendimento da secagem de galinha, porco, cabra, vaca e ovelha	32
Quadro 2 – Dados de rendimento da calcinação de galinha, porco, cabra, vaca e ovelha	33
Figura 7 – FTIR dos esterco de galinha, porco, cabra, vaca e ovelha secos	35
Figura 8 – FTIR dos esterco de galinha, porco, cabra, vaca e ovelha calcinados	36
Figura 9 – DRX dos esterco de galinha, porco, cabra, vaca e ovelha calcinados	37
Figura 10 – Micrografias de MEV de (a) esterco-vaca, (b) esterco-galinha, (c) esterco-cabra, (d) esterco-porco, (e) esterco-ovelha, (f) óxido-vaca, (g) óxido-galinha, (h) óxido-cabra, (j) óxido-porco, (k) óxido-ovelha	39
Quadro 3 – Composição elementar dos esterco calcinados	39
Figura 11 – Acompanhamento por CCD da reação de síntese de biodiesel com catalisador heterogêneo a base de esterco de galinha	42
Figura 12 – (a) Produto final da síntese, (b) Remoção do catalisador, (c) Biodiesel mais glicerina, (d) Reação heterogênea no funil de separação, (e) Antes da centrifugação (f) Após a centrifugação, (g) Após a rota-evaporação, (h) Produto final da síntese com o catalisador	43
Quadro 4 – Dados de rendimento da síntese do Biodiesel, de acordo com o catalisador heterogêneo utilizado	44
Figura 13 – FTIR do óleo de soja e seus respectivos ésteres produzidos quando catalisado pelos Óxido-Galinha, Óxido-Porco, Óxido-Cabra, Óxido-Vaca e Óxido-Ovelha.	45
Figura 14 – Catalisadores recuperados ao fim da reação de síntese do biodiesel	47
Quadro 5 – Dados de rendimento da secagem de galinha, porco, cabra, vaca e ovelha	49

Quadro 6 – Dados de rendimento da síntese do biodiesel comparados a composição 51
metálica dos óxidos

SUMÁRIO

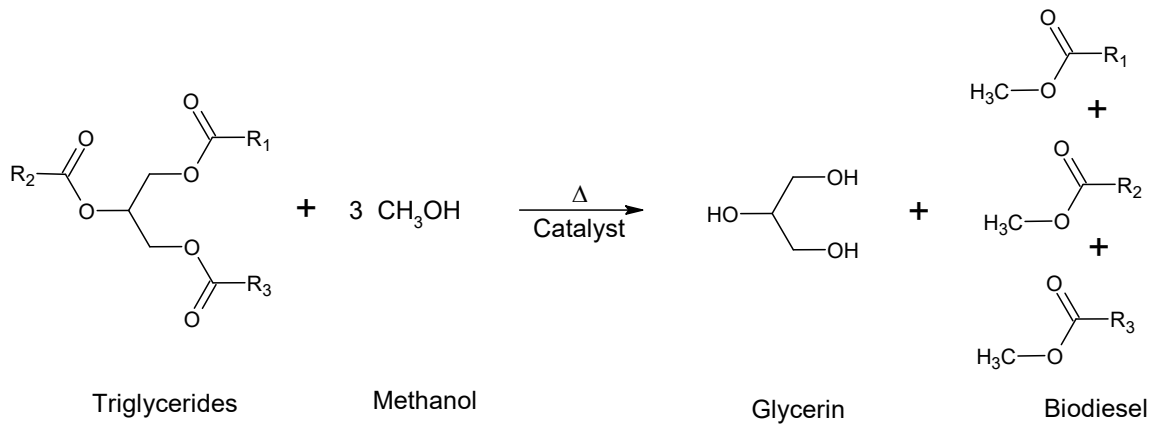
1 INTRODUÇÃO	12
2 OBJETIVOS	15
2.1 Geral.....	15
2.2 Específicos	15
3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	16
3.1 Biodiesel – Fundamentação histórica e conceitual	16
3.2 Catalisadores	18
3.3 Estercos de animais rurais.....	19
3.3.1 Esterco de Galinha	19
3.3.2 Esterco de Porco.....	20
3.3.3 Esterco de Cabra.....	21
3.3.4 Esterco de Vaca.....	22
3.3.5 Esterco de Ovelha.....	23
4 METODOLOGIA.....	24
4.1 Coleta e secagem dos estercos	24
4.2 Calcinação dos estercos secos.....	26
4.3 Caracterização dos óxidos derivados dos estercos.....	27
4.4 Síntese do biodiesel com catalisadores heterogêneos a base de esterco	27
4.5 Elaboração e análise por CCD das alíquotas de biodiesel	28
4.6 Caracterização do biodiesel	29
5.1 Coleta e secagem dos estercos	31
5.2 Calcinação dos estercos secos.....	32
5.3 Caracterização dos óxidos	34
5.3.1 Caracterização dos catalisadores por FTIR.....	34
5.3.2 Caracterização dos catalisadores por DRX	37
5.3.3 Caracterização dos catalisadores por MEV-EDS.....	38
5.4 Síntese do biodiesel	41
5.5 FTIR – Biodiesel.....	45
5.6 FTIR – Catalisadores recuperados	46
6 CONCLUSÃO.....	49
7 REFERÊNCIAS	53
8 APÊNDICES	57

1 INTRODUÇÃO

A energia é uma base primordial no desenvolvimento econômico e social de um país, se fazendo presente em diversos setores da indústria, transporte, habitação e comércio. Segundo a International Energy Agency (2025), as fontes fósseis como o petróleo, o gás natural e o carvão representam mais de 80% do consumo energético mundial. Entretanto, em virtude do crescimento populacional e do aumento do uso de veículos movidos a combustíveis, faz-se necessário recorrer a fontes alternativas de energia, com capacidade de renovabilidade e produção interna, possibilitando a independência energética e a melhoria sustentável (Yaşar, 2019). Dentro dessa proposta, o biodiesel tornou-se um produto potencial com produção e consumo já consolidado em grande parte do mundo, especialmente no Brasil onde o biodiesel já faz parte de 15% (B15) na mistura com o diesel de petróleo desde agosto de 2025 (ANP, 2025).

O uso de biodiesel como combustível vem crescendo aceleradamente no mundo inteiro, pois a cadeia de produção deste combustível tem um potencial promissor em vários setores, tais como, social, ambiental e tecnológico. O biodiesel abre oportunidades de geração de emprego no campo, valorizando a mão de obra rural, bem como no setor industrial e a mão de obra especializada na produção do combustível. Quanto ao aspecto ambiental, a contribuição é grande, haja vista que permite uma redução significativa de níveis de poluição ambiental, pois o biodiesel está livre de enxofre e de compostos aromáticos, emite menor índice de particulados, como CO e CO₂, não é tóxico, é biodegradável, é oriundo de fontes renováveis e, com isso, o mundo se beneficia com menor emissão de carbono (Lima *et al.*, 2007).

Para a produção do biodiesel, o processo de transesterificação provou ser a abordagem mais econômica e eficiente, produzindo a quantidade máxima de biodiesel, tornando-se a técnica de escolha para a sua produção comercial (Singh *et al.*, 2024). Na transesterificação de óleos vegetais e gordura animal, um triglicerídeo reage com um álcool na presença de um catalisador, produzindo uma mistura de monoalquil ésteres e glicerol (Fig. 1).

Figura 1: Reação de transesterificação.

Fonte: Autora, 2024.

Segundo Atkins e Jones (2012), os catalisadores desempenham um papel fundamental nas reações químicas, uma vez que são substâncias capazes de aumentar a velocidade da reação sem serem consumidas no processo. Eles atuam fornecendo um caminho alternativo de menor energia de ativação, o que permite que a transformação ocorra de forma mais rápida e eficiente. É importante destacar que, ao final da reação, o catalisador permanece essencialmente inalterado em sua quantidade e composição. O catalisador não modifica o equilíbrio químico, apenas acelera a taxa com que esse equilíbrio é atingido, tornando-se indispensável em diversos processos industriais.

Na produção do biodiesel em escala industrial, geralmente é utilizado um catalisador homogêneo, tal como o metóxido de sódio, pois favorece alto rendimento em um curto período. No entanto, a formação de sabão, geração excessiva de águas residuais, corrosão do reator e outros problemas podem ocorrer com o uso desses catalisadores. Por isso, torna-se necessário investigar catalisadores heterogêneos alternativos que superem os desafios da catálise homogênea, permita a redução no custo do biodiesel e sejam ambientalmente favoráveis (Di Serio *et al.*, 2008). Os catalisadores heterogêneos possuem vantagens relacionadas a facilidade de reciclabilidade, de separação e maior pureza no éster e produtos de glicerol, outrossim, não propicia a saponificação e nem a corrosão (Mulyani *et al.*, 2024).

Entre os catalisadores alcalinos heterogêneos utilizados na síntese do biodiesel, destacam-se os óxidos metálicos. Muitos estudos foram realizados com CaO devido às suas

vantagens econômicas, alta basicidade, baixa solubilidade em álcool, fácil manuseio, excelente atividade físico-química, grande atividade catalítica e facilidade de aquisição. Apesar do CaO poder ser obtido a partir do tratamento térmico de fontes naturais abundantes de CaCO_3 como jazidas de calcário, por exemplo, o uso de resíduos à base de cálcio tem sido relatado na literatura na busca por uma abordagem mais sustentável na cadeia produtiva do biodiesel (Cardoso *et al.*, 2020).

A síntese de catalisadores heterogêneos frequentemente envolve o uso de materiais de bio-resíduos, o que não só reduz custos e a dependência de matérias-primas comestíveis, mas também aborda questões de gerenciamento de resíduos e promove princípios de economia circular pela sua valorização. Esses catalisadores, derivados de resíduos e recursos naturais, oferecem vantagens como reutilização e eficiência, além de serem ecologicamente correto e sustentável, tornando-os atraentes para a produção de biodiesel. Ademais, a presença de outros metais nessas fontes residuais, com exemplo do Mg e Sr encontrados em resíduos de pesca relatados por Cardoso (2020), aumenta a eficiência desses catalisadores na síntese do biodiesel.

É de conhecimento comum que os esterco *in natura* servem de adubos em plantações devido ao seu alto teor nitrogênio, fósforo e potássio (NPK). Entretanto, além do NPK, a literatura também evidencia a presença de metais como o magnésio, estrôncio, zinco, alumínio, e especialmente o cálcio, nos esterco de diversas fontes animal e por isso promove a eficiência no seu uso como catalisador na produção de bio-óleo e biodiesel (Yaşar, 2019; Severino *et al.*, 2006).

Em prol disso, o presente trabalho traz uma proposta de catalisadores ecologicamente corretos derivados de esterco. Para tanto, foi realizado um estudo do tratamento térmico dos esterco de galinha, porco, vaca, ovelha e cabra, seguido de seu uso como catalisador heterogêneo na síntese do biodiesel metílico de soja. A tecnologia apresentada neste trabalho poderá ter aplicabilidade para todos os fabricantes de biocombustíveis, especialmente para os interessados em utilizar tecnologias verdes, inovadoras, de baixo custo e de alta eficiência, a partir da reutilização de uma riqueza natural e agregando ganhos econômicos e ambientais.

2 OBJETIVOS

2.1 Geral

Estudar a viabilidade do uso de esterco bovino, caprino, suíno, ovino e de galinha coletados no Campus do IFPE de Vitória de Santo Antão e estudar sua aplicabilidade como catalisadores heterogêneos na síntese de biodiesel metílico de soja.

2.2 Específicos

- Coletar os esterco bovino, suíno, caprino, ovino e de galinha nos currais do Campus do IFPE de Vitória de Santo Antão;
- Submeter a tratamentos térmicos os precursores catalíticos por meio de secagem e calcinação;
- Caracterizar os óxidos derivados dos esterco através de FTIR, DRX, MEV e EDS;
- Avaliar a eficiência catalítica dos óxidos na síntese do biodiesel metílico;
- Caracterizar o biodiesel através de FTIR;
- Caracterizar os catalisadores recuperados após a reação através de FTIR.

3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

A fundamentação teórica apresentada nesse capítulo aborda a história e o conceito do biodiesel, desde seus primórdios até a consolidação no Brasil. Discute a evolução dos catalisadores na produção de biodiesel, destacando as vantagens dos catalisadores heterogêneos como o óxido de cálcio (CaO). Por fim, explora o potencial do uso de esterco de animais rurais (galinha, porco, cabra, vaca e ovelha) como catalisadores na produção de biocombustíveis, ressaltando a composição elementar nos diferentes tipos de esterco.

3.1 Biodiesel – Fundamentação histórica e conceitual

Os primeiros relatos do uso de óleo vegetal como biocombustível em motores a diesel foram no início do século XX. Em 1900, durante a Exposição Internacional de Paris, o engenheiro alemão Rudolf Christian Karl Diesel demonstrou a viabilidade de seu motor utilizando óleo de amendoim como combustível. A escassez global de petróleo durante a Primeira e a Segunda Guerra Mundial impulsionou a utilização de óleos e gorduras de origem vegetal ou animal como fontes alternativas de combustível em diversos países. Contudo, foi somente após a crise do petróleo na década de 1970 que as pesquisas e os investimentos em biodiesel foram retomados com vigor, impulsionados pela necessidade de desenvolver fontes alternativas de energia (Pinho & Soarez, 2017; Duarte *et al.*, 2022).

No contexto brasileiro, os primeiros estudos sobre o uso de biodiesel datam da década de 1920, no período pós-Primeira Guerra Mundial. A crise do petróleo de 1975 levou o governo federal a instituir o Plano de Produção de Óleos Vegetais para Fins Energéticos (Pró-Óleo), que visava a adição de 30% de óleo vegetal ao óleo diesel. No entanto, o programa foi descontinuado em 1986 em decorrência da queda dos preços do petróleo (Duarte *et al.*, 2022).

O interesse do governo pelo biodiesel ressurgiu em 2002, com o lançamento do Programa Brasileiro de Desenvolvimento Tecnológico de Biodiesel (Probiodiesel), por meio da Portaria MCT N° 702, de 30 de outubro de 2002. Visando promover a inclusão social na cadeia produtiva, um novo relatório em 2003 culminou na criação do Programa Nacional de Produção e Uso de Biodiesel (PNPB), oficialmente lançado em 6 de dezembro de 2004. A inserção definitiva do biodiesel na matriz energética brasileira foi consolidada pela Lei Federal

Nº 11.097, de 13 de janeiro de 2005, cuja regulamentação ficou a cargo da Agência Nacional de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP) (Ramos *et al.*, 2017; Duarte *et al.*, 2022).

No Brasil, a mistura do biodiesel ao diesel fóssil começou em 2004, em caráter experimental. Entre 2005 e 2007, a comercialização com 2% de biodiesel (B2) operava de forma voluntária. No entanto, a inserção desse biocombustível na matriz energética nacional se deu através da Lei nº 11.097/2005, que em seu artigo 2º, tornou a adição de biodiesel obrigatória. A partir de janeiro de 2008, a mistura legalmente exigida de 2% (B2) entrou em vigor em todo o país, um percentual que foi gradualmente ampliado pelo Conselho Nacional de Política Energética (CNPE) à medida que o mercado se consolidou.

Após isso, a evolução do biodiesel no Brasil é marcada por um aumento progressivo em seu percentual de mistura com o diesel fóssil: Jan/2008 – 2% (B2), Jul/2008 – 3% (B3), Jul/2009 – 4% (B4), Jan/2010 – 5% (B5), Ago/2014 – 6% (B6), Nov/2014 – 7% (B7), Mar/2017 – 8% (B8), Mar/2018 – 10% (B10), Mar/2019 – 11% (B11), Mar/2020 – 12% (B12), Mar/2021 – 13% (B13), Mar/2024 – 14% (B14). A partir de 1º de agosto de 2025, a mistura se tornou de 15% (Resolução CNPE nº 9/2025) (ANAP, 2025).

Além de sua crescente integração no diesel fóssil, a versatilidade do biodiesel permite seu uso em diversas aplicações: no mercado automotivo, em transportes aquaviários e ferroviários e em estações estacionárias como geradores de eletricidade. A Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP) estabelece as especificações para o biodiesel, permitindo sua utilização tanto pura quanto misturada ao diesel fóssil em percentuais específicos, reforçando a obrigatoriedade que nasceu com a Lei de 2005 e tornou o biodiesel um componente essencial da energia brasileira.

O Biodiesel pode ser definido, de acordo com a ANP (2025) como um combustível renovável obtido a partir de um processo químico denominado transesterificação. Nesse processo, óleos vegetais ou gorduras animais, ricos em triglicerídeos, reagem com um álcool primário, como metanol ou etanol. Essa reação resulta em dois produtos: uma mistura de ésteres, que é o biodiesel, e a glicerina. O biodiesel, para ser comercializado e usado, precisa passar por uma purificação rigorosa para atender às especificações de qualidade exigidas. Sua principal aplicação é em motores a diesel (de ignição por compressão). Atualmente, a rota mais comum para sua produção é a catálise homogênea alcalina.

3.2 Catalisadores

A produção industrial de biodiesel é predominantemente realizada por catálise alcalina em meio homogêneo, utilizando alcóxidos metálicos. Nesse processo, a etapa inicial da reação consiste na formação do catalisador, como metóxido de sódio ou de potássio, a partir da reação entre metanol e seus respectivos hidróxidos (NaOH ou KOH). Contudo, o uso desses catalisadores homogêneos apresenta desafios significativos, como a inibição do processo devido à formação de água durante a transesterificação, a dificuldade de reutilização do catalisador, a corrosão, a saponificação e a formação de emulsões em diversas etapas (Baskar *et al.*, 2017).

Diante dessas limitações, tornou-se necessário a busca por novas alternativas catalíticas para a síntese de biodiesel. Nesse contexto, os catalisadores heterogêneos, especialmente aqueles à base de óxidos de metais alcalino-terrosos, hidrocalcitas e zeólitas básicas, ganharam destaque (Cardoso *et al.*, 2020). A inclusão de catalisadores heterogêneos na "tecnologia verde" deve-se às suas características vantajosas, como a reciclabilidade, a menor geração de efluentes e a facilidade de separação do biodiesel do glicerol.

Entre os catalisadores heterogêneos, o óxido de cálcio (CaO) se sobressai. Sua ampla utilização é justificada por sua natureza não corrosiva, caráter ecologicamente correto, fácil disponibilidade, baixo custo e alta basicidade (Basumatary *et al.*, 2023). O CaO pode ser obtido por meio do tratamento térmico de diversas fontes naturais de CaCO_3 e de resíduos de baixo custo, destacando-se por sua origem renovável. A literatura aponta várias fontes residuais de CaCO_3 , incluindo ossos, cascas de ovo, carapaças de caramujos e moluscos bivalves (ostras, mexilhões), cascas de crustáceos (como camarões e caranguejos) (Cardoso *et al.*, 2020). Essa abordagem oferece benefícios técnicos e ambientais em comparação à catálise homogênea, pois simplifica a recuperação do catalisador após a síntese do biodiesel e otimiza a recuperação e purificação da glicerina.

Atualmente, os catalisadores bifuncionais que possuem propriedades ácidas/básicas têm ganhado destaque na produção de biodiesel. Esses catalisadores possuem tanto sítios ácidos quanto básicos em sua estrutura, permitindo que as reações de esterificação (que convertem ácidos graxos livres em ésteres, lidando com matérias-primas de baixa qualidade) e transesterificação (que convertem triglicerídeos em ésteres de biodiesel) ocorram simultaneamente em um único reator. A principal motivação para o desenvolvimento de

catalisadores bifuncionais reside na superação das limitações dos catalisadores monofuncional (apenas ácidos ou apenas básicos), especialmente ao lidar com matérias-primas, como o óleo de cozinha residual (Aderibigbe *et al.*, 2023).

Alguns exemplos de catalisadores bifuncionais são: CaO-La₂O₃ (óxido de cálcio - óxido de lantânio), La₂O₃-ZnO (óxido de lantânio – óxido de zinco) e La₂O₃-Al₂O₃ (óxido de lantânio – óxido de alumínio). A otimização na produção de biodiesel utilizando os catalisadores bifuncionais ocorre porque eles possibilitam uma maior área superficial, volumes de poros adequados, estruturas morfológicas favoráveis e sítios ativos estáveis que permitem tanto as reações de esterificação quanto as de transesterificação em um processo de etapa única (Aderibigbe *et al.*, 2023).

3.3 Esterços de animais rurais

Os esterços de animais rurais apresentam altos teores de nitrogênio, fósforo e potássio (NPK) e por isso muito utilizados como adubo nas plantações. Além disso, se observa a presença de metais como o magnésio, estrôncio, zinco, alumínio, com uma atenção especial ao silício e ao cálcio, sendo esse último mais comum na forma de CaCO₃, devido à sua dieta alimentar. (Yaşar, 2019; Severino *et al.*, 2006).

Estudos como de Aremanda *et al.* (2023); Jung *et al.* (2020); Erdogdu; Polat; Ozbay (2018); Maneerung *et al.* (2016); Touray *et al.* (2014) têm demonstrado a viabilidade e a eficácia de diferentes tipos de esterco animal como catalisadores na reação de transesterificação, processo chave para a produção de biodiesel. O esterco, sendo um resíduo abundante, quando utilizado para esse fim, pode contribuir para a gestão de resíduos e a redução do impacto ambiental, conferindo a esses catalisadores um valor agregado.

3.3.1 Esterco de Galinha

Maneerung e colaboradores (2016) trouxeram a proposta de utilizar esterco de galinha calcinado como catalisador heterogêneo na produção de biodiesel via transesterificação de óleo de cozinha residual e metanol. Para isso, os autores estudaram sobre o efeito de diferentes temperaturas na etapa da calcinação desse esterco e constataram que quanto maior o aumento da temperatura das calcinações, as quais variaram de 550 °C a 850 °C, maior era a atividade catalítica. Com isso, o melhor rendimento alcançado do biodiesel foi dado ao catalisador CaO

da calcinação de esterco de galinha a 850 °C durante 4 h, apresentando 91% de eficiência. No entanto, ao realizar a calcinação a uma temperatura de 950 °C, verificaram que o rendimento do biodiesel foi reduzido de 91% para 87%, isso ocorreu devido a maior área de superfície do catalisador sólido para as reações heterogêneas ser o da calcinação do esterco de galinha calcinada a 850 °C, com 10,8 m²/g, enquanto a 950 °C a área de superfície ser de 10,0 m²/g. Ademais, foi averiguado que a reutilização do catalisador diminuiu de 90% para 58% após o quarto ciclo de reação.

A morfologia do esterco de galinha foi examinada por Maneerung e colaboradores (2016) usando um Microscópio Eletrônico de Varredura (JEOL-6700F) operado a 10 kV e 60 mA. A sputter coater (JEOL, JFC-1300), um equipamento de deposição por pulverização catódica, foi usado pela primeira vez para revestir as amostras com platina antes da análise. O microscópio também foi conectado com o modo de energia dispersiva de raios X (EDX) para analisar a composição química das amostras. O autor atribui o melhor rendimento devido a composição metálica obter até 74% de cálcio nas amostras calcinadas. Além do cálcio, o catalisador CaO obtido da calcinação de esterco de galinha também contém outros elementos básicos, como o potássio (~7%), magnésio (~4%) e zinco (~6%). Otróssim, Maneerung também pontua que estudos prévios demonstraram que a presença de K ou Mg promove um melhor rendimento em catalisadores a base de CaO durante a reação de transesterificação do óleo de soja e etanol, enquanto a adição de Zn tem efeito insignificante. Portanto, a presença de K e Mg no catalisador de CaO obtido da calcinação de esterco de galinha provavelmente pode melhorar o desempenho catalítico do catalisador.

3.3.2 Esterco de Porco

Jung e colaboradores (2020), avaliaram o biocarvão derivado da pirólise do esterco de porco como catalisador heterogêneo na transesterificação do óleo de cozinha residual na produção de biodiesel. Para o processo de pirólise, um reator tubular foi instalado com um tubo de quartzo cilíndrico (60 cm de comprimento e 20 mm de diâmetro) e um forno externo com temperatura programada. 20,0 ± 0,01 g de esterco de porco foi posicionado no centro do cilindro tubo, e a temperatura de aquecimento do forno foi ajustada para 500 °C e 650 °C, sob atmosfera inerte. O esterco de porco foi pirolisado isotermicamente a essas temperaturas durante 2 h.

Em relação a quantificação dos metais no esterco de porco, foi empregado a espectroscopia de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (PerkinElmer Optima

5300 DV, EUA). Para isso, 200 mg de esterco suíno foram dissolvidos em 10 mL de ácido nítrico e em um micro-ondas a digestão foi feita para extrair metais do biocarvão do esterco de porco pirolisados a 500 °C e a 650 °C. A morfologia da superfície dos esterco pirolisados foi feita utilizando um microscópio eletrônico de varredura e espectroscopia de raios-X de energia dispersiva (SEM/EDX: Hitachi S-4700). A partir disso, constatou-se que os elementos presentes na composição do esterco de porco após a pirólise de 650 °C são: Ca (75,06%), Mg (15,91%), K (6,94%). Ademais, também foram identificados vestígios de alumínio, manganês, ferro, cobre e bário.

No que se refere a transesterificação de triglicerídeos de óleo de cozinha usado no biodiesel, um reator de batelada (volume de 2 mL) foi construído com uma união de anteparo (Swagelok SS-400-61) e rolhas (Swagelok SS-400-C). Para a mistura, 10 mL de óleo de cozinha usado e 200 mL de metanol foram adicionados com 320 mg de cada meio poroso (biocarvão do esterco de porco pirolisados a 500 °C e a 650 °C). Seguidamente, o reator foi fechado em um forno ajustado para 400 °C. Dessa maneira, atestou-se o biocarvão do esterco de porco pirolisado a 650 °C foi o mais eficiente, pois o mesmo alcançou 96,67% de rendimento de biodiesel.

3.3.3 Esterco de Cabra

Touray e colaboradores (2014) estudaram sobre as propriedades termoquímicas derivados de esterco caprino seco e esterco caprino pirolisado. Um espectrômetro de emissão atômica de plasma acoplado indutivamente (Modelo No. JY2000 2; Horiba Jobin Yvon, França) foi usado para determinar os elementos presentes no esterco de cabra. Antes da análise, cerca de 0,05 g da amostra de esterco foi digerida por uma solução concentrada de HNO₃/H₂O₂ em uma bomba de pressão para formar uma solução homogênea. A solução digerida foi diluída com água deionizada, e uma pequena quantidade da solução diluída foi usada para medir sua composição. Dessa forma, verificou-se que o esterco de cabra pirolisado a 800 °C apresentou composição predominantemente de frações inorgânicas residuais, estruturais ou extrativas, destacando-se os elementos Ca (~9,3%), P (~5%), K (~3,3%), Mg (~3,3%), Si (~3,1%) e Fe (~1,3%) como os de maior concentração. Além disso, foram identificados vestígios de Al (~0,5%), Zn (~0,1%) e Mn (~0,2%).

Enquanto isso, o autor Erdogdu e colaboradores (2018) procedeu com o estudo sobre o uso de esterco de cabra na produção de bio-óleo. Com esse propósito, obteve-se o bio-óleo através da pirólise caracterizados por técnicas cromatográficas e espectroscópicas, via inclusão

de GC/MS. Para a pirólise, foi utilizado um reator de leito fixo com 210 mm de altura, 60 mm diâmetro e conexão de gás de varredura (nitrogênio). O reator foi aquecido por um forno eletricamente induzido e instantâneo, e a temperatura de pirólise e a taxa de aquecimento foram controladas por Controlador PID (Proporcional–Integral–Derivativo). Nos experimentos, uma amostra seca de 50 g foi alimentada no reator. A temperatura foi progressivamente aumentada de 300 °C até 600 °C e mantido neste nível por pelo menos 30 minutos para obter o maior rendimento líquido. Diante disso, foi concluído que o rendimento de bio-óleo mais eficaz foi dado a 500 °C com 26,1%.

3.3.4 Esterco de Vaca

Aremanda e colaboradores (2023) investigaram a adequação do esterco de vaca para a produção de bioenergia e biofertilizante. O estudo se concentrou na caracterização do esterco de vaca por meio de análises aproximadas e elementares, para avaliar seus atributos termofísicos e químicos.

As amostras de esterco de vaca foram submetidas a análises aproximadas para determinar umidade e sólidos totais por secagem em estufa a 40 °C por 10 h. A matéria volátil foi determinada por teste de perda por ignição a 550 °C por 4 h em forno mufla, e o resíduo sólido medido para teor de cinzas. A análise elementar foi feita por espectroscopia de fluorescência de raios-X (XRF), após digestão ácida e fusão por peróxido para metais alcalinos, metais alcalino-terrosos e outros minerais. O valor de aquecimento (HHV e LHV) foi calculado usando a fórmula de Dulong.

Os resultados da análise aproximada do esterco fresco indicaram uma média de 85,65% de umidade total e 14,35% de sólidos totais. A análise elementar detalhada por fluorescência de raios-X (XRF) mostrou a seguinte composição para o esterco: 43,1% de Carbono (C), 0,31% de Enxofre (S), 0,21% de Fósforo (P) e 1,18% de Potássio (K), 4,57% de Hidrogênio (H) e 1,58% de Nitrogênio (N). Outros elementos na forma de cinzas incluíram: Sódio (Na) 0,86%, Cálcio (Ca) 0,626%, Magnésio (Mg) 0,59%, Estrôncio (Sr) 0,07%, Alumínio (Al) 0,54%, Ferro (Fe) 0,78%, Cobre (Cu) 0,02%, Zinco (Zn) 0,043%, Manganês (Mn) 0,24% e Silício (Si) 4,32%.

Os parâmetros termofísicos, como pH, gravidade específica (SG) e valor de aquecimento inferior (LHV), foram estimados em 7,025, 1,68 e 19,97 MJ kg⁻¹, respectivamente.

O valor de aquecimento superior (HHV) foi de 21,06 MJ/kg e os valores de C/N estimados entre 25,68-27,3. A partir desses dados, o estudo concluiu que o esterco de vaca possui um potencial significativo como fonte sustentável de bioenergia e biofertilizante.

3.3.5 Esterco de Ovelha

Nagy e colaboradores (2019) investigaram os aspectos energéticos da produção de biogás a partir de esterco de ovelha. O estudo teve como objetivo principal examinar a produção de biogás em experimentos de laboratório, utilizando várias temperaturas de reator e a adição ou não de inóculo, sendo o inóculo o esterco bovino digerido. O rendimento e a composição do gás foram registrados para estimar a quantidade de gás natural substituível e calcular o desempenho necessário do motor a gás. O artigo não aborda a aplicação do esterco de ovelha como catalisador. Em vez disso, o esterco de ovelha foi utilizado como material base (substrato) para a produção de biogás através de digestão anaeróbia.

Para os experimentos, o teor de matéria seca do esterco de ovelha foi diminuído para 15% em peso para melhor mistura e homogeneidade. Foi adicionado inóculo de esterco bovino digerido (DCM) em 0% e 10% em peso. As temperaturas do reator utilizadas foram a temperatura ambiente (18-28 °C), 34 °C e 50 °C.

O estudo constatou que o rendimento de biogás aumentou em temperaturas mais elevadas. O maior rendimento de gás foi obtido a uma temperatura de reator de 34 °C. A adição de 10% de DCM (esterco bovino digerido) aumentou a produção de gás em todas as temperaturas utilizadas. O teor máximo de metano (CH₄) foi alcançado com a temperatura do reator de 34 °C (53-57% em volume), e a adição de DCM também teve um efeito positivo no teor máximo de metano. Em condições ótimas (10% de inóculo DCM e 34 °C), o teor máximo de metano foi de 58% em volume com um rendimento de gás de aproximadamente 116 L/kg. Esses resultados indicam que a quantidade de gás e o teor de metano são adequados para economizar até 2150 m³ de gás natural por ano em uma população de 2000 ovelhas, sendo suficiente para operar um motor a gás com 100 kW de potência elétrica por 8000 h/ano.

A composição elementar esterco de ovelha fresco foi: 29,28% de Carbono (C), 17,17% de Oxigênio (O), 3,85% de Hidrogênio (H), 2,59% de Nitrogênio (N), 0,70% de Enxofre (S).

4 METODOLOGIA

A metodologia empregada contempla as etapas de produção e caracterização de catalisadores sintetizados a partir de esterco de diferentes espécies animais (bovino, suíno, caprino, ovino e galinha). De maneira introdutória, apresenta-se neste momento uma síntese geral das etapas experimentais conduzidas; contudo, nos tópicos subsequentes, cada fase do procedimento é descrita de forma detalhada, de modo a fornecer uma compreensão mais aprofundada do processo metodológico adotado.

Inicialmente, os esterco foram coletados, secos em estufa a 110 °C, triturados e peneirados. Em seguida, as amostras secas foram calcinadas em mufla a 900 °C por 3 h para obter os óxidos catalíticos. Esses óxidos foram caracterizados por FTIR-ATR, DRX e MEV-EDS para análise de grupos funcionais, estrutura cristalina e composição elementar. A síntese do biodiesel foi realizada por transesterificação do óleo de soja com metanol e 5% (m/m) do catalisador de esterco, sob refluxo por 5 h. O progresso da reação foi monitorado por cromatografia em camada delgada (CCD). Após a reação, o catalisador foi filtrado, o excesso de metanol foi removido por rota-evaporação e as fases de biodiesel e glicerina foram separadas por centrifugação. Por fim, o biodiesel e os catalisadores recuperados ao fim das reações foram caracterizados por FTIR-ATR.

4.1 Coleta e secagem dos esterco

Os esterco bovino, suíno, caprino, ovino e de galinha foram coletados nos currais do Campus do IFPE de Vitória de Santo Antão e levados para o Laboratório de Óleo e Biodiesel (LOB) da UFRPE (sede). Enquanto os esterco ainda estavam frescos, a coleta dos dejetos como os de galinha, ovelha e cabra que estavam mais sólidos foi feita manualmente usando luvas, já a coleta dos dejetos de porco e vaca foi feita com o uso de vassoura e pá (Fig. 2). Posteriormente, as amostras foram armazenadas em recipientes tampados e rotulados.

Figura 2: Coleta dos esterco no Campus IFPE de Vitória de Santo Antão: (a) coleta do esterco do porco, (b) coleta do esterco da vaca, (c) coleta do esterco de ovelha, (d) coleta do esterco de galinha, (e) coleta do esterco de cabra.



(a)

(b)



(c)

(d)

(e)

Fonte: Autora, 2022.

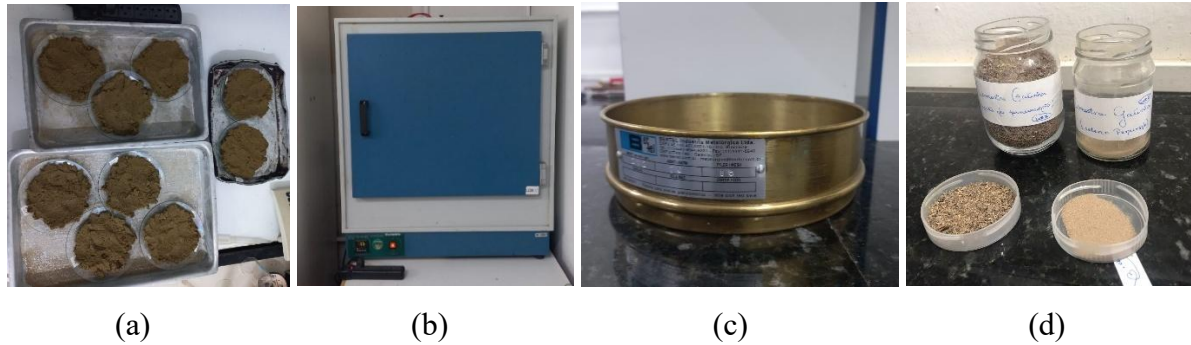
As amostras foram secas em uma estufa MA 033 – Marconi. Inicialmente, as amostras úmidas foram distribuídas em vidrarias secas, como béqueres, copos, placas e cápsulas, e então pesadas. Em seguida, foram levadas à estufa e mantidas a 110 °C por 1 hora.

Após a secagem inicial, as amostras foram transferidas para um dessecador a vácuo, onde permaneceram por 1 hora. Em seguida, foi realizada uma nova pesagem. Esse ciclo de secagem (estufa e dessecador) e pesagem foi repetido sucessivamente até que a variação de massa entre duas pesagens consecutivas se tornasse mínima, indicando que a secagem estava completa.

Após a etapa de secagem, toda a amostra foi triturada em liquidificador doméstico e peneirada na Peneira para Análise Granulométrica Latão Inox 304,8 Abertura em mm/ μ m 212,

ABNT/ASTM e TYLER-MESH 65 da Bertel. As amostras peneiradas e o resíduo não peneirado foram pesados e guardados em recipientes diferentes devidamente rotulados de acordo com a amostra de cada animal.

Figura 3: (a) Estercos coletados, (b) Estufa MA 033 – Marconi, (c) Peneira Granulométrica, (d) Rejeitos da peneiração e amostra peneirada.



Fonte: Autora, 2022.

4.2 Calcinação dos esterco secos

Os esterco bovinos, caprino, suíno, ovino e de galinha secos foram colocados em cadinhos de porcelana e pesados na balança semi-analítica, e posteriormente, dispostos dentro da mufla antes que ela fosse ligada. A calcinação foi realizada utilizando a mufla Linn Elektro Therm LM 312.06. A mufla permaneceu fechada durante todo o processo. Para a mufla atingir a temperatura de 900 °C, levava cerca de 1 h, e ao atingir essa temperatura, eram calcinados durante 3 h. Após o fim da calcinação, a mufla era aberta e ao atingir a temperatura de aproximadamente 200-300 °C, os cadinhos eram colocados no dessecador com o auxílio de uma luva e pinça metálica, e em seguida era feito vácuo. No dia seguinte, os cadinhos eram pesados novamente e o produto era transferido para um tubo de falcon rotulado e tarado.

Figura 4: (a) Mufla Linn Elektro Therm, (b) Esterco calcinado.



Fonte: Autora, 2022.

4.3 Caracterização dos óxidos derivados dos esterco

A caracterização dos esterco secos e seus respectivos óxidos foram obtidos a partir de Espectroscopia na região do Infravermelho por Transformada de Fourier com Refletância Total Atenuada (FTIR-ATR), Difração de Raios-X (DRX), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS).

A análise dos grupos funcionais dos catalisadores e do biodiesel resultante foi realizada no Departamento de Química Fundamental (dQF) da UFPE por meio da técnica de Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier com Refletância Total Atenuada (FTIR-ATR). Os dados espectrais foram obtidos em um espectrômetro FTIR, Shimadzu modelo IRspirit, equipado com acessório para ATR. O espectro foi coletado por 45 scans, com resolução de 4 cm^{-1} , na faixa de comprimento de onda $4.000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$.

A difração de raios X (DRX) analisou a propriedade estrutural das amostras dos catalisadores de esterco de cabra, porco, galinha, ovelha e vaca calcinados. O procedimento foi realizado no Departamento de Física da UFPE. A obtenção foi dada através do Rigaku modelo SmartLab, 40 kV de tensão, 30 mA de corrente, com varredura entre os intervalos de 10 a 50° , com passo de 0.02 .

O procedimento de MEV-EDS foi realizado em Ciências dos Materiais da UFPE. Para a análise de MEV-EDS, o material em pó dos esterco calcinados foi fixado em fitas de carbono e metalizadas com ouro em pó. Para isso, foi utilizado o equipamento para pulverização de ouro e evaporação de carbono Bal-Tec SCD 050. Em seguida, utilizando-se do microscópio eletrônico de varredura (MEV) MIRA3 TESCAN, foi realizada a espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS) com o intuito de investigar a análise elementar das amostras de esterco calcinados.

4.4 Síntese do biodiesel com catalisadores heterogêneos a base de esterco

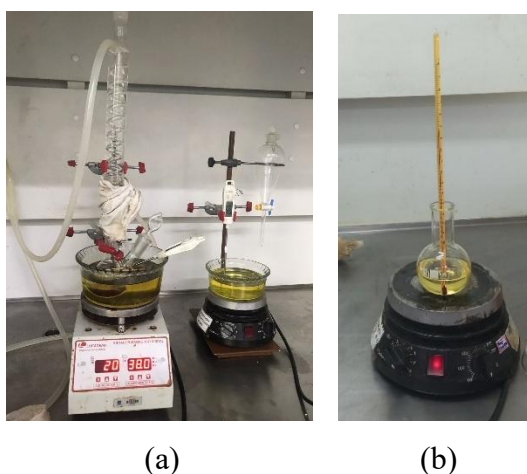
A síntese do biodiesel com catalisador heterogêneo a base de esterco de galinha, vaca, ovelha, cabra e porco foi realizada sob mesmas condições da síntese do biodiesel com catalisadores heterogêneos a base de sururu, anteriormente estudado pelo grupo de pesquisa do

LOB/UFRPE (Cardoso *et al.*, 2020). O metanol utilizado para a reação foi de grau P.A, armazenado na presença de Na_2SO_4 anidro em sua garrafa comercial.

Para a síntese do biodiesel, foram montados dois sistemas. No primeiro sistema (Fig. 5a), em um balão de 2 bocas de 100 mL, adicionou-se 2,5 g dos óxidos obtidos a partir do esterco de galinha, vaca, ovelha, cabra e porco e em seguida, 28 mL de metanol anidro. Em uma das bocas desse balão foi posicionado um condensador de bolas e na outra boca um septum com um termômetro para verificação e controle da temperatura. O sistema foi aquecido sob temperatura de refluxo sob banho de óleo e mantido sob agitação magnética por 1 h. No segundo sistema (Fig. 5b), em uma chapa aquecedora, foi colocado um balão de fundo chato de 100 mL e foi inserido 50 g de óleo de soja refinado, o qual foi aquecido a 65 °C. Posteriormente, o óleo foi adicionado ao balão de 2 bocas que continha a mistura em refluxo do metanol e o óxido, e a mistura foi mantida sob refluxo e agitação magnética por 5 h.

Essas quantidades representam uma relação molar do óleo:metanol de 1:18 (mol/mol) levando em consideração a massa molar média do óleo de soja de 1.288 g/mol, e a quantidade de catalisador representa 5% m/m com relação a massa do óleo de soja, mediante melhores condições estudadas em resultados prévios ao se estudar catalisadores heterogêneos a base de carapaças de sururu (Cardoso *et al.*, 2020).

Figura 5: (a) Sistema da reação, (b) Sistema de aquecimento do óleo.



Fonte: Autora, 2023.

4.5 Elaboração e análise por CCD das alíquotas de biodiesel

A fim de acompanhar o andamento das reações, fez-se a cromatografia em camada delgada (CCD). Com o auxílio de um capilar, coletou-se alíquotas da mistura a cada 1 h de

refluxo e as transferiu para uma placa de CCD. A amostra foi eluída em uma mistura de hexano:acetato de etila:ácido acético concentrado (90:10:1). As amostras foram aplicadas entre uma amostra de biodiesel pura (B100) e de óleo de soja para efeito de comparação de seus fatores de retenção (R_f). O CCD foi revelado em câmara de vapor de iodo. A análise do CCD indicou de modo qualitativo o final da reação ao observar o consumo do óleo de partida e a formação do biodiesel.

Ao fim da reação, usando um funil de placa sinterizada, o catalisador foi removido por filtração a vácuo (12b). Prontamente, o catalisador foi transferido para um tubo de falcon e mantido em dessecador sob vácuo até o momento de sua caracterização. Após a remoção do catalisador, a mistura foi colocada em um funil de separação (12d). Após a retirada da glicerina (a fase mais densa), a amostra foi transferida para tubos de ensaio e centrifugadas a 500 rpm, em uma centrífuga Kacil modelo CE01-A1 por 20 min no LOB/UFRPE. A proposta foi de separar as 2 fases entre o biodiesel e a glicerina remanescente. Ao se observar a formação das 2 fases, a glicerina presente na fase inferior, foi removida com uma pipeta de pasteur e o biodiesel resultante foi transferido para um tubo de falcon devidamente lacrado e rotulado (12h). Em seguida, foi realizado a rota-evaporação utilizando o evaporador rotativo Marconi MA-120, com o intuito de remover o excesso de álcool.

Figura 6: (a) Centrífuga Kacil modelo CE01-A1, (b) Evaporador rotativo Marconi MA-120.



(a)

(b)

Fonte: Autora, 2023.

4.6 Caracterização do biodiesel

A caracterização do biodiesel obtido através das reações de transesterificação heterogênea utilizando os esterco de galinha, vaca, ovelha, cabra e porco foram feitas por análises por meio da técnica de Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier com Refletância Total Atenuada (FTIR-ATR). Os dados espectrais foram obtidos em um espectrômetro FTIR, Shimadzu modelo IRspirit, equipado com acessório para ATR. O espectro foi coletado por 45 scans, com resolução de 4 cm^{-1} , na faixa de comprimento de onda $4.000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste tópico é descrito o processo de secagem dos esterco, com a apresentação dos rendimentos obtidos para cada tipo (galinha, suíno, caprino, bovino e ovino), em correlação com o estado inicial dos dejetos. Na sequência, são apresentados os dados referentes à calcinação dos esterco secos a 900 °C, com os respectivos rendimentos de massa calcinada, bem como a discussão acerca da formação dos óxidos metálicos.

A caracterização dos esterco secos e calcinados foi apresentada por FTIR, identificando grupos funcionais e a presença de cálcio, silício e fosfatos, tanto nas amostras secas quanto nas calcinadas. A difração de raios X (DRX) revelou as fases cristalinas presentes, como CaO, Si e β -fosfato tricálcico, e a microscopia eletrônica de varredura (MEV-EDS) mostrou a morfologia e a composição elementar dos catalisadores, destacando a predominância de Ca, Si, P, K e Mg.

Por fim, foram apresentados os resultados da síntese do biodiesel, incluindo os rendimentos de reação para cada catalisador de esterco (Óxido-Ovelha, Óxido-Galinha, Óxido-Porco, Óxido-Cabra e Óxido-Vaca). A caracterização do biodiesel por FTIR confirmou a formação dos ésteres metílicos, e a análise dos catalisadores recuperados por FTIR indicou a formação de gliceróxido de cálcio, um intermediário ativo na reação.

5.1 Coleta e secagem dos esterco

O processo de secagem dos esterco variou conforme a sua origem. O primeiro lote de esterco de vaca exigiu 7 etapas de secagem, enquanto as amostras de ovelha e cabra foram secas em apenas 2 etapas. Os esterco de galinha e porco passaram por 5 etapas.

Durante a secagem, umidade e voláteis foram removidos. As massas das amostras, tanto úmidas quanto secas após a etapa final, estão detalhadas nas tabelas de 1 a 5 dos apêndices. O processo foi concluído quando a variação de massa entre as últimas etapas de secagem se tornou mínima. De modo geral, o processo de secagem era finalizado ao se perceber pouco variação entre a última e penúltima etapa de secagem.

O quadro 1 mostra a massa inicial úmida e a massa após a secagem e o rendimento da etapa de secagem. O rendimento foi calculado utilizando a Equação 1.

$$\text{Rendimento: Massa Seca/Massa Úmida} \times 100 \quad (\text{Eq. 1})$$

Quadro 1 - Dados de rendimento da secagem de cabra, porco, ovelha, galinha e vaca.

Amostra	Massa Úmida (g)	Massa Seca (g)	Rendimento de secagem (%)
Cabra	168,903	146,535	86,76
Porco	633,432	466,734	73,68
Ovelha	386,222	271,383	70,27
Galinha	379,988	242,070	63,70
Vaca	846,027	167,321	19,78

Fonte: Autora, 2023.

Observou-se que a consistência do material variou significativamente entre as espécies, o que influenciou diretamente no método de coleta empregado. Os esterco bovino e suíno, de consistência mais pastosa, exigiram o uso de pá e vassoura, o que permitiu a coleta de volumes maiores de forma relativamente prática.

Os esterco de cabra, ovelha e galinha, por apresentarem-se mais sólidos, permitiram a coleta manual com o uso de luvas. No caso específico de caprinos e ovinos, a forma natural dos dejetos em pequenas ‘bolinhas’ quase secas favoreceu a manipulação, tornando o processo ágil.

A coleta de esterco de galinha apresentou dificuldades adicionais de ordem logística. Devido à dispersão dos dejetos em pequenas quantidades no galinheiro, o processo se mostrou mais demorado e pouco eficiente na obtenção de maior volume, o que pode limitar sua aplicação em situações que demandem maior quantidade de material.

O baixo rendimento no processo de secagem do esterco da vaca, comprado aos demais, pode ser atribuído a amostra coletada logo após ser excretada pelo animal, que ainda se apresentava bastante pastosa e visivelmente mais úmida que todas as demais amostras.

5.2 Calcinação dos esterco secos

Calcinação é um processo de aquecimento de um material sólido, geralmente em altas temperaturas e na ausência ou com quantidade limitada de ar/oxigênio, com o objetivo de provocar decomposição térmica, remoção de substâncias voláteis ou ainda alteração da estrutura cristalina (Atkins; Jones, 2012). Frequentemente, o produto obtido apresenta-se sob a forma de óxidos metálicos, como exemplificado na decomposição térmica do carbonato de cálcio:



A fim de comparar a eficiência catalítica dos catalisadores a base de esterco, foi adotado o mesmo procedimento previamente empregado em estudos do LOB, quando anteriormente foram calcinadas amostras de carapaças de caranguejo e conchas de marisco, mexilhão e sururu para produzir catalisadores heterogêneos para a síntese do biodiesel. Portanto, os esterco foram calcinados da mesma forma, a 900 °C por 3 h (Cardoso *et al.*, 2020).

As Tabelas 6 a 10, presentes nos apêndices, apresentam os resultados obtidos em cada etapa de calcinação das amostras secas de bovino, galinha, suíno, caprino e ovino. As denominações 1^a, 2^a, 3^a, etc., calcinação correspondem às diferentes amostras submetidas ao forno mufla. Por exemplo, no caso da amostra da galinha (Tab. 6), as amostras secas anteriormente (MS) foram colocadas em 7 cadinhos no 1^o momento, e levados todos de uma só vez para a mufla (G1-G7), na 2^a vez foram levadas mais 7 amostras em diferentes cadinhos (G8-14) e assim por diante. Isso se deve a condição de não poder ter muito material no cadinho para aumentar sua superfície de contato e tornar o processo de calcinação mais eficiente.

Após a calcinação e resfriamento em dessecador, esse material foi rapidamente transferido para tubos de falcon previamente rotulado e tarado a fim de se evitar demasiado contato com a umidade do ar. Então a massa do produto calcinado (MC) foi medida e seu respectivo rendimento calculado baseado na massa da respectiva amostra seca (Apêndice - Tab. 6-10).

O quadro 2 mostra a massa seca e a massa após a calcinação e o rendimento da etapa de calcinação. O rendimento foi calculado utilizando a Equação 2.

$$\text{Rendimento: Massa Calcinação/Massa Seca} \times 100 \quad (\text{Eq. 2})$$

Quadro 2 - Dados de rendimento da calcinação de vaca, cabra, porco, ovelha e galinha.

Amostra	Massa Seca (g)	Massa Calcinação (g)	Rendimento da calcinação (%)
Vaca	12,998	11,685	89,90
Cabra	20,771	18,306	88,39
Porco	12,268	9,679	78,90
Ovelha	11,174	7,609	68,10
Galinha	11,207	6,651	59,35

Fonte: Autora, 2023.

5.3 Caracterização dos óxidos

A caracterização dos óxidos catalíticos foi detalhada por quatro técnicas principais: Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), Difração de Raios-X (DRX), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDS).

A Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) analisou as amostras de esterco seco e calcinado, identificando grupos funcionais. A análise de óxidos calcinados confirmou a formação de óxido de cálcio (CaO) e a persistência de sílica e fosfatos.

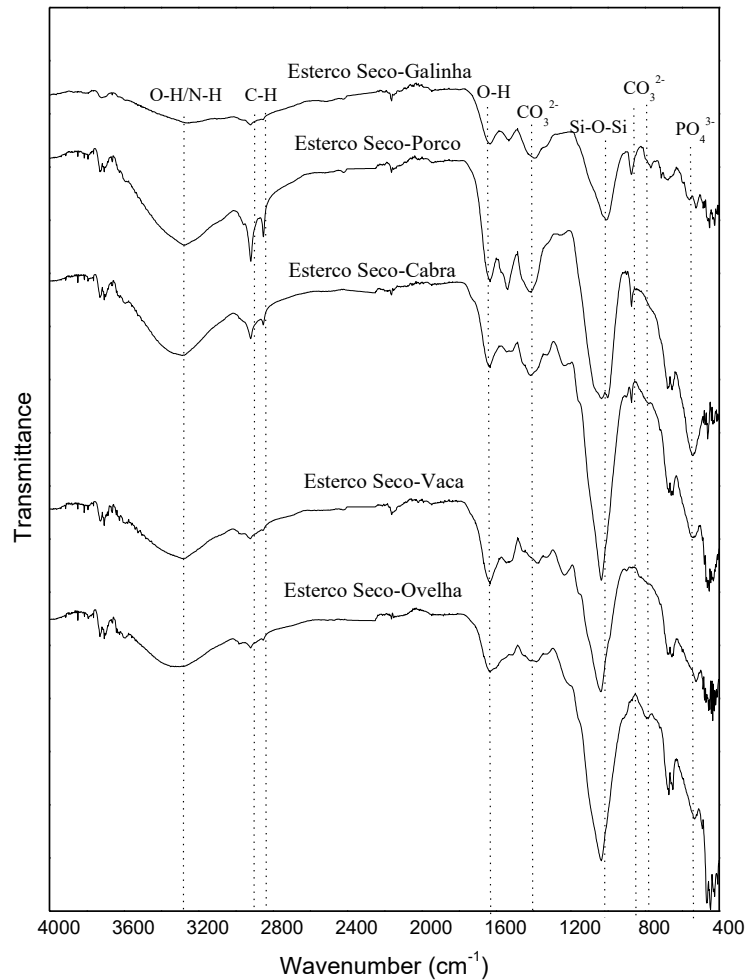
A Difração de Raios-X (DRX) elucidou a estrutura cristalina dos catalisadores calcinados, detectando reflexões de óxido de cálcio (CaO), β -fosfato tricálcico e sílica (SiO₂), e indicando a predominância dessas fases em cada tipo de esterco.

Por fim, a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e a Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDS) investigaram a morfologia e a composição elementar dos catalisadores. A análise por EDS quantificou elementos como cálcio, silício, fósforo, potássio e magnésio.

5.3.1 Caracterização dos catalisadores por FTIR

A espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) desempenha um papel crucial na identificação de ligações químicas e grupos funcionais, melhorando assim a compreensão da química da superfície dos materiais. Dessa forma, o FTIR das amostras secas (Fig. 7) indica a presença de diferentes compostos orgânicos, incluindo grupos alifáticos, funções oxigenadas e grupos aromáticos.

Figura 7: FTIR dos esterco de galinha, porco, cabra, vaca e ovelha secos.



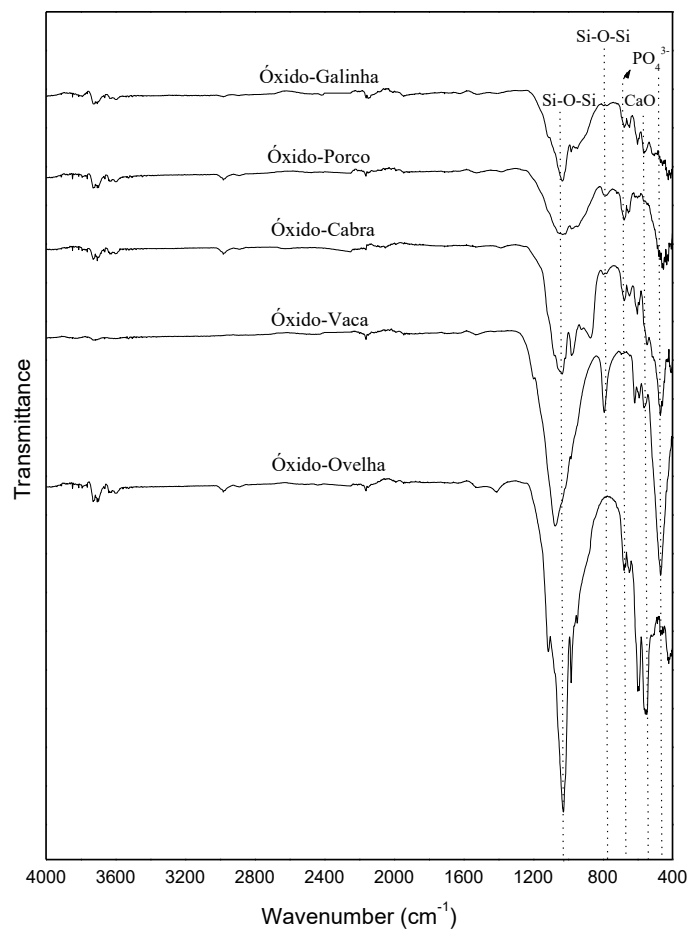
Fonte: Autora, 2023.

As bandas em 3284 cm^{-1} (vaca), 3290 cm^{-1} (cabra), 3250 cm^{-1} (galinha), 3310 cm^{-1} (ovelha) e 3370 cm^{-1} (porco) indicam a sobreposição das vibrações de alongamento simétrico de grupos O–H e N–H (Cardoso *et al.*, 2020). Os grupos hidroxilas também podem ser caracterizados pelos picos em 1631 cm^{-1} (vaca e porco), 1637 cm^{-1} (cabra) e 1635 cm^{-1} (galinha e ovelha) característicos da deformação angular da ligação O–H. As bandas em 2919 cm^{-1} (vaca), 2918 cm^{-1} (cabra, ovelha e galinha) e 2917 cm^{-1} (porco) caracterizam alongamentos assimétricos de C–H, enquanto 2850 cm^{-1} (cabra) e 2849 cm^{-1} (porco) correspondem a alongamentos simétricos de C–H (Martins *et al.*, 2024). Os grupos O-H, N-H e C-H são característicos da presença de celulose, hemicelulose e lignina nas amostras de esterco de animais (Guo *et al.*, 2021).

A presença da sílica foi identificada por um pico forte em 1036 cm^{-1} (vaca), 1034 cm^{-1} (cabra), 1034 cm^{-1} (ovelha), 1032 cm^{-1} (porco) e 1005 cm^{-1} (galinha) atribuída ao estiramento assimétrico da ligação siloxano (Si-O-Si) (Lani *et al.*, 2017).

Ainda nas amostras secas, a presença de CaCO_3 pode ser identificado pela presença dos picos atribuídos ao alongamento assimétrico de CO_3^{2-} de maior intensidade em 1413 cm^{-1} (cabra), 1391 cm^{-1} (galinha), 1381 cm^{-1} (ovelha) e 1413 cm^{-1} (porco), bem como pelos picos de menor intensidade referentes às vibrações fora do plano do CO_3^{2-} , em 871 cm^{-1} (cabra e porco) e 873 cm^{-1} (galinha), enquanto os picos característicos das vibrações dentro do plano do CO_3^{2-} são evidenciados em 797 cm^{-1} (cabra), 710 cm^{-1} (galinha) e 789 cm^{-1} (ovelha) (Maneerung *et al.*, 2016). Nos esterco secos, os picos de dobramento assimétrico do PO_4^{3-} foram observados em diferentes valores, dependendo da origem do esterco: 560 cm^{-1} (galinha), 550 cm^{-1} (porco e cabra), 545 cm^{-1} (ovelha) e 535 cm^{-1} (vaca), característico do β -fosfato tricálcico (β -TCP) (Lani *et al.*, 2020; Mohadesi *et al.*, 2025).

Figura 8: FTIR dos esterco de galinha, porco, cabra, vaca e ovelha calcinados.



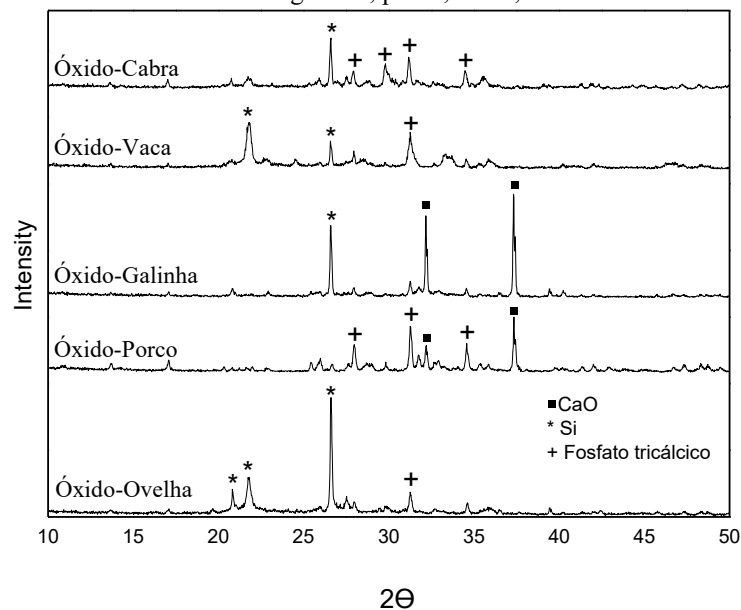
Fonte: Autora, 2023.

Ao analisar os espectros de FTIR dos esterco calcinados a 900 °C (Fig. 8), o modo de vibração de estiramento da ligação Ca–O aparece em 564 cm^{-1} (galinha) e 548 cm^{-1} (porco), fornecendo evidências significativas da formação de óxidos de Ca durante a calcinação, demonstrando o sucesso da conversão de carbonatos em óxidos metálicos (Lani *et al.*, 2017; Cardoso *et al.*, 2020). Semelhante aos esterco secos, os esterco calcinados também apresentam vibrações do PO_4^{3-} associadas ao β -fosfato tricálcico (β -TCP). Isso é evidenciado pelos picos de estiramento simétrico do PO_4^{3-} identificado em 679 cm^{-1} para todos os tipos de esterco e pelos picos de dobramento simétrico do PO_4^{3-} em 471 cm^{-1} (cabra), 469 cm^{-1} (vaca) e 452 cm^{-1} (ovelha) (Lani *et al.*, 2020, Mohadesi *et al.*, 2025).

Os picos predominantes da sílica nos esterco calcinados foram identificados por picos forte em 1074 cm^{-1} (vaca), 1035 cm^{-1} (cabra), 1035 cm^{-1} (galinha), 1035 cm^{-1} (ovelha) e 1026 cm^{-1} (porco), atribuída ao estiramento assimétrico da ligação siloxano (Si–O–Si) (Lani *et al.*, 2017). Adicionalmente, o pico em 797 cm^{-1} (cabra), 797 cm^{-1} (galinha), 779 cm^{-1} (ovelha) e 792 cm^{-1} (vaca) foi associado ao estiramento simétrico Si–O–Si, e o modo de flexão do Si–O–Si está em 466 cm^{-1} (vaca, cabra, ovelha) (Lani *et al.*, 2017). Dessa forma, mesmo após a calcinação dos esterco, a manutenção dos picos característicos do siloxano nos óxidos mostra que esse silício permanece presente nos catalisadores.

5.3.2 Caracterização dos catalisadores por DRX

Figura 9: DRX dos esterco de galinha, porco, cabra, vaca e ovelha calcinados.



Fonte: Autora, 2023.

A difração de raios X (DRX) serve como uma técnica fundamental para elucidar a estrutura cristalina de catalisadores. A análise do DRX das amostras calcinadas (Fig. 9) identificou as fases cristalinas presentes nos óxidos dos diferentes esterco. Picos característicos do óxido de cálcio (CaO) foram detectados em ângulos de difração (2θ) de $32,2^\circ$ e $37,3^\circ$ nas amostras de esterco de galinha e porco (Cardoso *et al.*, 2020; Asaad *et al.*, 2023).

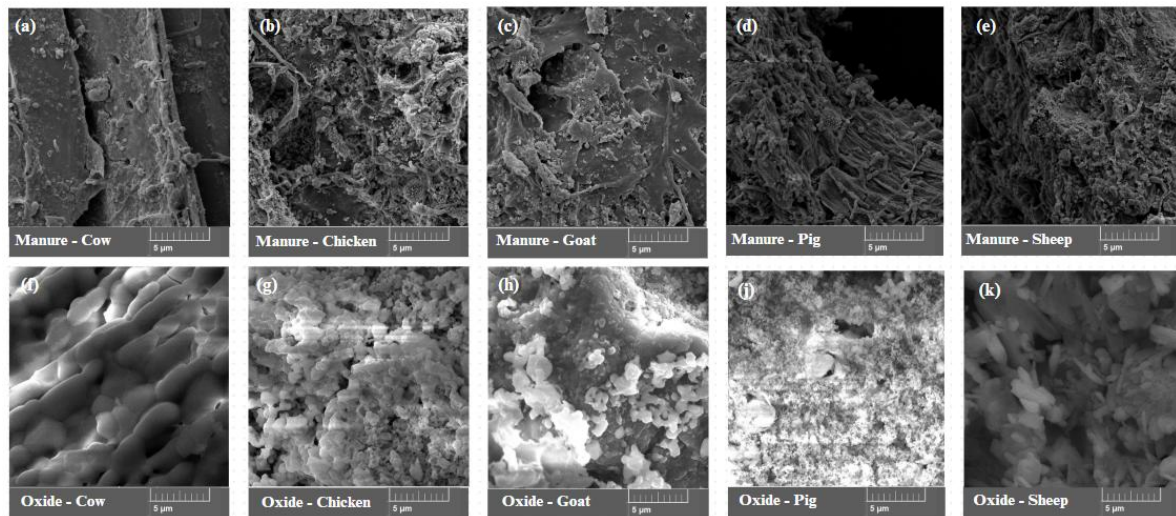
O cálcio também se encontra presente em algumas amostras, mas dessa vez na forma do β -fosfato tricálcico (β -TCP) em torno de $2\theta = 27,98^\circ$ (porco e cabra), $31,26^\circ$ (ovelha, porco, vaca e cabra), $34,48^\circ$ (cabra) e $34,58^\circ$ (porco) (Fonseca *et al.*, 2025). Conforme observado no difratograma (Fig. 9), essa estrutura se faz presente em quase todas as amostras, exceto no Óxido-Galinha. No Óxido-Ovelha ela se faz muito pouco presente, tendo maior presença no Óxido-Cabra e no Óxido-Porco.

A sílica (SiO_2) foi identificada com a presença dos picos de 2θ em $20,82^\circ$ (ovelha), $21,80^\circ$ (ovelha e vaca) e $26,60^\circ$ (ovelha, galinha, vaca e cabra) (Asaad *et al.*, 2023). A sílica (SiO_2) se mostra presente em todos os óxidos, exceto pelo Óxido-Porco e se fazendo mais presente no Óxido-Ovelha. Esses resultados serão corroborados na seção seguinte (5.3.3) com a análise do EDS (Quadro 3).

5.3.3 Caracterização dos catalisadores por MEV-EDS

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) é comumente utilizada para examinar a morfologia e topografia da superfície de catalisadores, enquanto a detecção por espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDX) fornece informações detalhadas sobre a composição elementar e os estados químicos dos elementos presentes nos catalisadores heterogêneos. Com base nisso, analisou-se comparativamente o MEV e o EDX do esterco e do seu respectivo óxido de galinha, porco, cabra, vaca e ovelha (Fig. 10).

Figura 10: Micrografias de MEV de (a) esterco-vaca, (b) esterco-galinha, (c) esterco-cabra, (d) esterco-porco, (e) esterco-ovelha, (f) óxido-vaca, (g) óxido-galinha, (h) óxido-cabra, (j) óxido-porco, (k) óxido-ovelha.



Fonte: Autora, 2024.

A morfologia irregular observada nos catalisadores de esterco calcinados pode ser atribuída principalmente às altas temperaturas do processo de calcinação. Esse comportamento decorre da volatilização dos compostos orgânicos presentes, bem como da liberação de CO_2 resultante da decomposição do CaCO_3 em CaO (Cardoso *et al.*, 2020). Além disso, a perda da biomassa lignocelulósica residual dos esterco (composta por celulose, hemicelulose e lignina) durante a calcinação contribui significativamente para a formação de cavidades e vazios na matriz inorgânica, intensificando a irregularidade e a heterogeneidade superficial. Esses fatores combinados justificam a morfologia porosa e irregular evidenciada nas micrografias de MEV. A estrutura porosa é desejável para aplicações catalíticas, uma vez que aumenta a área de superfície disponível e, conseqüentemente, favorece o contato entre os sítios ativos do catalisador e os reagentes na reação de transesterificação (Suman *et al.*, 2021).

Quadro 3 – Composição elementar dos esterco calcinados.

Elementos	Galinha (%)	Porco (%)	Cabra (%)	Vaca (%)	Ovelha (%)
C	8,1	6,9	-	14,5	12,2
O	41,8	43,1	59,7	35,4	52,2
Ca	33,2	24,3	18,7	24,1	1,1
Si	3,1	0,2	6,9	3,2	19,5
P	9,0	11,5	6,9	12,1	0,8
K	0,5	0,9	0,7	6,3	11,6
Mg	0,6	11,4	4,3	0,4	-

Sr	-	0,2	0,2	0,3	0,4
Na	0,3	0,3	0,8	3,2	-
Mn	0,1	0,1	-	0,2	-
Al	0,8	-	1,2	0,2	-
Fe	0,4	0,3	0,5	0,2	1,9
S	1,6	0,3	-	-	0,2
Zn	-	0,5	-	-	-
Cl	-	-	0,2	-	-

Fonte: Autora, 2024.

Conforme relatado por Cardoso *et al.* (2020), os catalisadores heterogêneos a base de CaO são muito utilizados na síntese de biodiesel utilizando óleos refinados devido ao seu caráter alcalino. De acordo com o quadro 3, a presença do cálcio se faz muito presente no Óxido-Galinha com mais de 33%, seguido dos Óxido-Porco e Óxido-Vaca com um teor próximo de 24%. A presença de cálcio em óxidos derivados dos esterco da galinha, bem como potássio e magnésio também foram encontrados na literatura, com proporções de 74%, 7% e 4%, respectivamente (Maneerung *et al.*, 2016).

Além disso, é reconhecido que a presença dos metais Sr, K e Mg aumenta a eficiência catalítica desses catalisadores a base de CaO por conferir maior caráter alcalino (Cardoso *et al.*, 2020; Maneerung *et al.*, 2016). Entre as amostras, o Óxido-Porco, além de apresentar um expressivo teor de cálcio (24,3%), também apresenta magnésio (11,4%) e traços de estrôncio (0,2%). Essa composição possivelmente confere ao Óxido-Porco um caráter alcalino, o que pode contribuir para o aumento da eficiência catalítica na promoção de reações de transesterificação com óleo refinado. Esses metais também foram identificados no esterco suíno por Jung e colaboradores (2020), apontando uma quantidade majoritária do cálcio em 75,06%, além da presença do magnésio (15,91%) potássio (6,94%).

Vale ressaltar que o Óxido-Cabra também apresenta considerável quantidade de Ca (18,7%) e Mg (4,3%). O DRX (Fig. 9) informa que esses metais estão presentes na forma cristalina de fosfato tricálcico ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$), o que corrobora com os dados do EDS (Quadro 3) devido ao grande teor de oxigênio (59,7%) e fósforo (6,9%). A presença majoritária dos metais cálcio (~9,3%) e magnésio (~3,3%) nos esterco pirolisados a 800 °C da cabra também foram observados por Touray e colaboradores (2014), além do fósforo (~5%), potássio (3,3%), silício (3,1%), ferro (1,3%), alumínio (0,5%), zinco (0,1%) e manganês (0,2%).

No DRX (Fig. 9) observa-se o cálcio também presente na forma cristalina de fosfato tricálcico, o que corrobora com a presença do fósforo na análise do EDS (Quadro 3), especialmente nos Óxido-Cabra (12,1%) e no Óxido-Porco (11,5%).

É importante observar que diferentemente dos demais óxidos, o Óxido-Ovelha tem uma presença quase desprezível do cálcio (1,1%) e magnésio (0,0%). Em contrapartida, nesse catalisador Óxido-Ovelha, a presença metálica predominante se dá com o silício com 19,5%, sendo essa amostra a que apresenta maior presença desse SiO_2 , além de também apresentar a maior presença de potássio (11,6%), quando comparado aos demais óxidos. A presença do silício tende a conferir ao Óxido-Ovelha uma certa característica ácida o que poderia influenciar sua atuação como catalisador heterogêneo na síntese de biodiesel.

A presença do silício, que possivelmente confere ao catalisador um caráter ácido (Lani *et al.*, 2017), conjuntamente com a presença do cálcio, que potencialmente atribui ao catalisador um caráter alcalino, observada em todas as amostras de esterco calcinadas, exceto ao Óxido-Ovelha, sugere que os catalisadores podem apresentar uma acidez mista. Essa propriedade possibilita o seu emprego como catalisadores mistos heterogêneos oferece uma oportunidade significativa para promover o processo de transesterificação e esterificação, que transforma tanto óleos comestíveis como os não comestíveis em metilésteres de ácidos graxos (Ryu *et al.*, 2018).

5.4 Síntese do biodiesel

Cardoso *et al.* (2020) utilizaram catalisadores heterogêneos a base de carapaças de caranguejo e conchas de marisco, mexilhão e sururu na síntese do biodiesel, e através desses estudos, concluíram que fatores importantes para eficiência da reação estão relacionados a razão molar álcool:óleo de 18:1 e a quantidade de CaO do catalisador, o qual deve estar em uma proporção de 5% m/m para o óleo de soja. A relação molar entre o óleo de soja e o metanol leva em consideração a massa molar média do óleo de soja de 1.288,00 g/mol.

O CaO é higroscópico, ou seja, tende a absorver umidade do ambiente, formando Ca(OH)_2 superficial. Esse caráter reforça a necessidade de uma ativação prévia, garantindo que a superfície do catalisador esteja pronta para interagir de forma eficiente com o reagente e favorecer a reação de transesterificação. Dessa forma, uma etapa importante do processo consiste na ativação do catalisador na presença de metanol sob refluxo por 1 h antes da adição

do óleo de soja, momento em que qualquer $\text{Ca}(\text{OH})_2$ superficial é dissolvido, permitindo que o catalisador seja efetivamente ativado (Cardoso *et al.*, 2020).

Para analisar o avanço da reação, foi utilizado a técnica de cromatografia em camada delgada (CCD). A cromatografia em camada delgada (CCD) tem sido frequentemente utilizada como um método simples e barato para analisar ou separar visualmente componentes de diferentes soluções heterogêneas (Bansal *et al.*, 2008). Em razão disso, utilizou-se essa técnica para determinar a conversão do óleo em biodiesel utilizando os catalisadores heterogêneos a base de esterco de galinha, porco, cabra, vaca e ovelha. E a partir dessas observações é que o tempo de 5 h de refluxo foi escolhido como padrão para todas as reações.

Na figura 11, temos uma placa de CCD representativa, para fins de ilustração, de uma alíquota de reação da síntese do biodiesel após 2 h de refluxo, utilizando o catalisador derivado do esterco da galinha. Nessa imagem a amostra do óleo de soja está na mancha a esquerda da placa, o biodiesel resultante da reação está no centro e um padrão de B100 está no canto direito, para fins de referência. Percebe-se que nesse momento, grande parte do óleo de partida foi consumido e o biodiesel formado.

Figura 11: Acompanhamento por CCD da reação de síntese de biodiesel com catalisador heterogêneo a base de esterco de galinha após 2h de refluxo.

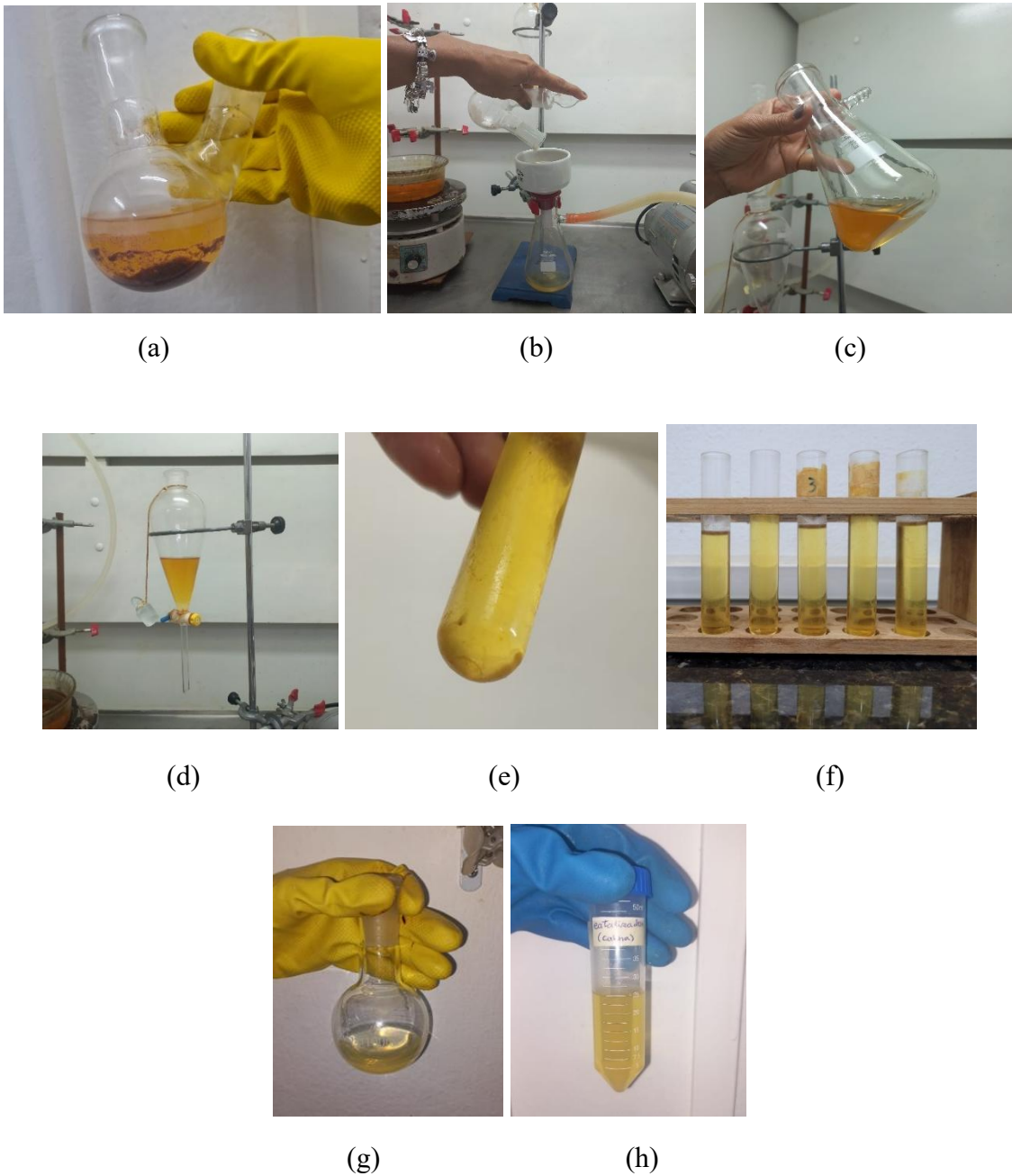


Fonte: Autora, 2023.

Após a reação, o catalisador heterogêneo foi isolado por filtração a vácuo (Fig. 12d) logo após as 5 h de refluxo, e armazenado em dessecador sob vácuo para posterior caracterização e estudo de sua possibilidade de reuso. Apesar da glicerina ter sido removida da mistura por decantação, após a filtração do catalisador, ela ainda se fazia presente na mistura e por isso seu resíduo foi removido por centrifugação, resultando no biodiesel translúcido (Fig.

12h). A presença da glicerina ao final de todas as reações, em conjunto com a observação de formação de biodiesel ao se analisar as placas de CCD, evidenciaram o sucesso na reação de transesterificação do óleo de soja com o metanol na presença de todos os catalisadores sintetizados, sendo eles, Óxido-Porco, Óxido-Galinha, Óxido-Vaca, Óxido-Cabra e Óxido-Ovelha.

Figura 12: (a) Produto final da síntese, (b) Remoção do catalisador, (c) Biodiesel mais glicerina, (d) Reação heterogênea no funil de separação, (e) Antes da centrifugação (f) Após a centrifugação, (g) Após a rotação-
evaporação, (h) Produto final da síntese com o catalisador.



Fonte: Autora, 2023.

Ao se utilizar as mesmas condições de reação de transesterificação, alterando-se apenas o catalisador de estudo, obteve-se os rendimentos percentuais (m/m) da síntese do biodiesel como mostra o Quadro 4.

Quadro 4 - Dados de rendimento da síntese do Biodiesel, de acordo com o catalisador heterogêneo utilizado.

Fonte animal do esterco para o catalisador	Código do catalisador utilizado	Massa do biodiesel resultante (g)	Rendimento de reação (m/m)
Ovelha	Óxido-Ovelha	39,086	78,1%
Galinha	Óxido-Galinha	38,550	65,5%
Porco	Óxido-Porco	24,900	49,8%
Cabra	Óxido-Cabra	22,050	44,1%
Vaca	Óxido-Vaca	20,065	40,1%

Fonte: Autora, 2023.

Relacionando os rendimentos da síntese do biodiesel com a composição apresentada para cada um desses catalisadores nas seções anteriores, o Óxido-Ovelha é o que apresenta a maior quantidade de Si (19,5%) e K (11,6%) e menor quantidade de Ca (1,1%), o que indica uma tendência de apresentar caráter ácido a esse catalisador heterogêneo. Enquanto isso o catalisador que apresentou o segundo melhor rendimento de reação foi o Óxido-Galinha tendo o Ca como metal predominante em 33,2%, na forma cristalina de CaO, de acordo com o DRX (Fig. 9), estando o Si presente em apenas 3,1%, o que sugere a possibilidade de conferir a esse catalisador um caráter alcalino.

Apesar do Óxido-Porco apresentar composição metálica majoritária de Ca (24,3%), Mg (11,4%) e Sr (0,2%) de acordo com a análise EDS (Quadro 3), o que poderia indicar a presença de um caráter alcalino relativamente mais acentuado em comparação ao Óxido-Galinha (Ca=33,2%, Mg=0,6% e Sr=0,0%) (Cardoso, *et al.*, 2020), sua eficiência catalítica se mostrou inferior na síntese do biodiesel (49,8% (porco) versus 65,5% (galinha)).

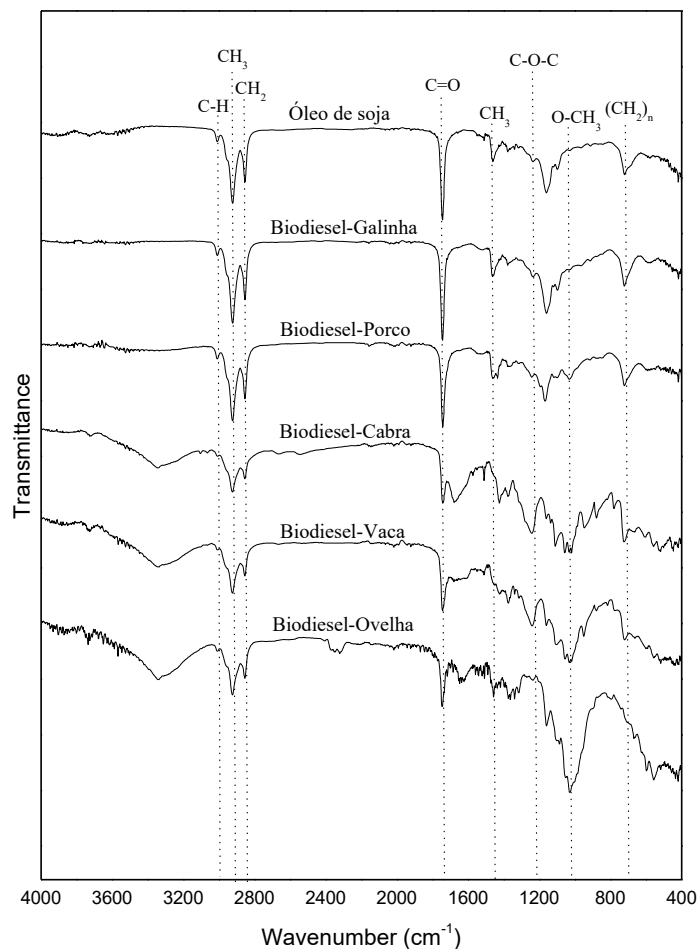
O catalisador Óxido-Cabra que apresentou o quarto melhor rendimento na síntese do biodiesel, tem como composição metálica majoritária o Ca (18,7%), Mg (4,3%) e Si (6,9%) (Quadro 3), apontando indícios de que o catalisador apresente uma acidez mista. E por fim, o catalisador com menor eficiência catalítica quanto ao rendimento de reação, foi o Óxido-Vaca que tem sua composição metálica composta por Ca (24,1%), K (6,3%) e Si (3,2%), o que pode

indicar uma acidez mista, com possível predominância de caráter alcalino em função da maior presença de cálcio em relação ao silício. Esses três catalisadores, ou seja, o Óxido-Porco, Óxido-Cabra e Óxido-Vaca apresentaram majoritariamente a estrutura cristalina de fosfato tricálcico ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$), de acordo com o estudo do DRX (Fig. 9) e FTIR (Fig. 8).

5.5 FTIR – Biodiesel

A Figura 13 mostra os espectros de FTIR do óleo de soja e de seus respectivos ésteres após reação de transesterificação sob a ação dos catalisadores Óxido-Galinha, Óxido-Porco, Óxido-Cabra, Óxido-Vaca e Óxido-Ovelha. Esses espectros foram processados com o propósito de verificar as bandas de transmitância características de ésteres metílicos de ácidos graxos na região do infravermelho.

Figura 13: FTIR do óleo de soja e seus respectivos ésteres produzidos quando catalisado pelos Óxido-Galinha, Óxido-Porco, Óxido-Cabra, Óxido-Vaca e Óxido-Ovelha.



Fonte: Autora, 2023.

A banda em torno de 3008 cm^{-1} , identificada tanto nas amostras de óleo de soja de partida, como no biodiesel obtido com os catalisadores a base de esterco de galinha e de porco, está relacionada às vibrações de alongamento axial da ligação C–H da ligação dupla (Ladeira *et al.*, 2019). A presença de uma banda em aproximadamente 3250 cm^{-1} nos espectros do biodiesel obtido com os catalisadores à base de esterco de cabra, ovelha e vaca indica a presença de grupos hidroxila (O–H). Esse sinal pode estar relacionado à presença de intermediários, como monoglicérides e diglicérides que ocorre durante a transesterificação (Castellanos *et al.*, 2023). Em todos os espectros, as bandas em 2924 cm^{-1} e 2853 cm^{-1} estão associadas aos grupos alifáticos CH_3 e CH_2 , respectivamente (Syahputra *et al.*, 2023; Syahputra *et al.*, 2023).

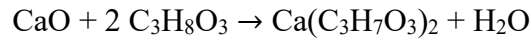
A banda em 1743 cm^{-1} pode ser atribuída ao grupo carbonila (C=O). Já a banda em 1454 cm^{-1} porco, 1457 cm^{-1} ovelha e vaca estão associadas à deformação angular do grupo metila (CH_3), conforme descrito por Niu (2017) e Santos (2017). As bandas observadas em 720 cm^{-1} referem-se à sobreposição entre a deformação angular simétrica no plano e a vibração fora do plano do grupo $(\text{CH}_2)_n$.

A banda em 1240 cm^{-1} corresponde ao estiramento assimétrico da ligação C–O–C presente nos ésteres está presente tanto no óleo quanto em todas as amostras de biodiesel sintetizado ao se utilizar nossos catalisadores derivados dos esterco. As absorções em 1160 cm^{-1} são referentes a deformação O- CH_3 (Niu, 2017; Santos, 2017).

Para o biodiesel metílico (ésteres), destaca-se a presença de uma banda em 1030 cm^{-1} referente a vibração de estiramento da ligação C-O do grupo metoxila (O- CH_3) e de um pico de carbonila em 1733 cm^{-1} . A banda em 1434 cm^{-1} , está relacionada à deformação assimétrica do grupo metila ($-\text{CH}_3$) presente exclusivamente no éster metílico (Reyman *et al.*, 2014).

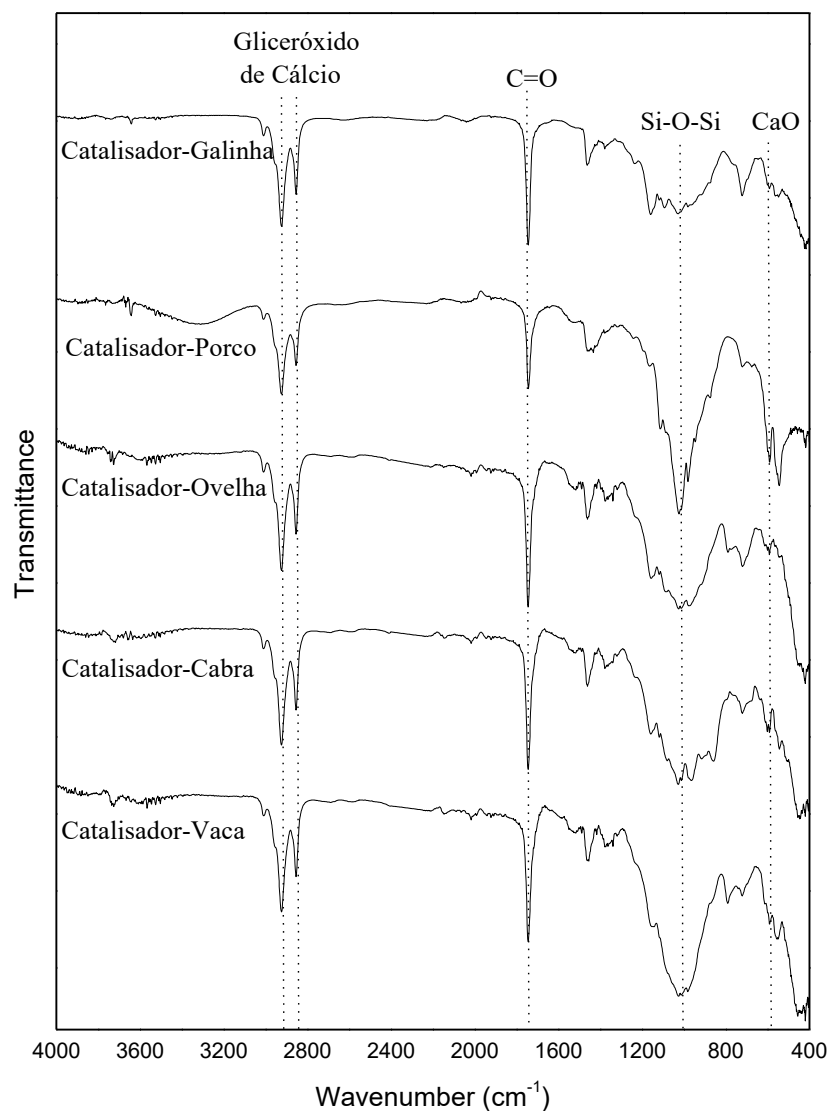
5.6 FTIR – Catalisadores recuperados

Ao se utilizar o CaO nas reações de síntese de biodiesel, o mecanismo de reação descrito na literatura (Sánchez-Cantú *et al.*, 2014; Kouzu *et al.*, 2008; Sousa *et al.*, 2016) mostra que inicialmente este catalisador se mostra como a fase ativa no sistema de reação. No entanto, ao longo da reação, o CaO se combina com o subproduto glicerol ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$) que se forma com a transesterificação do triglicéride, formando o gliceroxido de cálcio ($\text{Ca}(\text{C}_3\text{H}_7\text{O}_3)_2$) e torna a catálise ainda mais eficiente.



Essa espécie intermediária possui maior reatividade catalítica comparada ao CaO, por ser mais estável à exposição do ar atmosférico. Dessa forma, a identificação dessa espécie está relacionada a um maior percentual de conversão dos triglicerídeos em ésteres metílicos de ácidos graxos. A fim de se identificar a formação desse ativo catalítico ao se utilizar catalisadores a base de esterco, fez-se os espectros de FTIR (Fig. 14) dos catalisadores recuperados após o seu uso de 5 h de reação, e conservado em dessecador sob vácuo.

Figura 14: Catalisadores recuperados ao fim da reação de síntese do biodiesel.



Fonte: Autora, 2023.

Nos espectros de FTIR apresentados na Figura 14, observa-se a presença do gliceróxico de cálcio na região 2924 cm^{-1} e 2853 cm^{-1} , que estão associadas a vibração dos grupos C-OH

de unidades de gliceróxido ligados aos átomos de cálcio (León-Reina *et al.*, 2013). Além disso, as bandas em 1743 cm^{-1} estão relacionadas ao estiramento C=O do grupo carbonila dos ésteres. (Niu, 2017).

Os picos em 591 cm^{-1} (porco e vaca), 593 cm^{-1} (galinha, ovelha e cabra) estão associadas a vibração de estiramento do CaO (Cardoso *et al.*, 2020). Por fim, as bandas mais largas observados em torno de 1030 cm^{-1} são atribuídos ao estiramento assimétrico da ligação siloxano (Si–O–Si), conforme indicado por Lani *et al.* (2017). Como os Óxidos de ovelha, cabra e vaca, nessa ordem, apresentam maior quantidade de Si, de acordo com o DRX (Fig.9), e EDS (Quadro 3), os espectros de FTIR do catalisador recuperado apresentam essa banda mais expressiva (intensa e larga) que nos demais catalisadores.

6 CONCLUSÃO

No presente trabalho foi apresentado uma proposta de catalisadores heterogêneos obtidos a partir da calcinação de esterco de animais rurais como galinha, porco, cabra, vaca e ovelha como precursores para a síntese de catalisadores heterogêneos para a produção de biodiesel.

No quadro 5, foram condensados os resultados apresentados nas etapas de tratamentos térmico, sendo calculados o rendimento geral que envolve ambas as etapas de secagem (Quadro 1) e calcinação (Quadro 2). Neste tópico, também estão apresentados os resultados da síntese do biodiesel (Quadro 4), assim como o cálculo do rendimento geral de obtenção do biodiesel, considerando-se o rendimento obtido na síntese do catalisador.

Quadro 5 - Dados de rendimento geral da secagem e calcinação de cabra, porco, ovelha, galinha e vaca.

Amostra	Rendimento da secagem (%)	Rendimento da calcinação (%)	Rendimento Geral do tratamento térmico (%)	Rendimento na síntese do biodiesel (%)	Rendimento geral (%)
Ovelha	70,27	68,10	47,85	78,1	37,37
Cabra	86,76	88,39	76,68	44,1	33,82
Porco	73,68	78,90	58,13	49,8	28,95
Galinha	63,70	59,35	37,81	65,5	24,77
Vaca	19,78	89,90	17,78	40,1	7,13

Fonte: Autora, 2025.

A análise do Quadro 5 permite avaliar a viabilidade do uso desses esterco como catalisadores na síntese do biodiesel a partir do óleo de soja e metanol, considerando rendimentos do tratamento térmico e da reação de transesterificação, além de considerar a logística de coleta.

O esterco de cabra e de ovelha, se destacam pelo maior rendimento geral e pela facilidade de coleta manual, uma vez que os dejetos já se apresentam em "bolinhas" quase secas. Entretanto, ao se considerar apenas a eficiência catalítica, o biodiesel formado ao se utilizar o catalisador a base do esterco de ovelha apresentou maior rendimento, tornando esse esterco, portanto o mais promissor.

Em um cenário oposto, apesar da facilidade logística de coleta do esterco da vaca, esse apresenta o menor rendimento, tanto no tratamento térmico, como na eficiência catalítica na

síntese de biodiesel, apresentando o menor rendimento geral de 7,13%. Isso faz do esterco da vaca e menos promissor como precursor catalítico na síntese do biodiesel.

O esterco de porco mostrou rendimento intermediário e coleta também facilitada, sendo o segundo melhor quanto ao rendimento no tratamento geral térmico e por ser o terceiro melhor quanto ao rendimento na síntese do biodiesel. Enquanto isso, apesar do catalisador derivado do esterco da galinha apresentar-se em segundo lugar quanto a sua eficiência catalítica, seu baixo rendimento no tratamento térmico, além da grande dificuldade logística de coleta, o torna com baixa atratividade no uso como catalisador na síntese do biodiesel. Essa dificuldade logística da coleta do esterco da galinha se faz presente uma vez que seus dejetos são espalhados pelo galinheiro em pequenas quantidades, o que inviabiliza a obtenção de material em volume suficiente

A caracterização dos catalisadores por FTIR indicou a presença de compostos orgânicos nas amostras de esterco secos, como grupos O-H, N-H e C-H característicos de celulose, hemicelulose e lignina, material muito presente na dieta alimentar desses animais rurais, especialmente das cabras, ovelhas e galinhas. A presença de sílica (Si-O-Si) também foi identificada em todas as amostras. Após a calcinação, o FTIR indicou a formação de óxido de cálcio (CaO) e a persistência de sílica e fosfatos.

A análise de composição dos óxidos (MEV-EDS) (Quadro 3) revelou que o Óxido-Galinha possui o maior teor de cálcio (Ca) (~33%), seguido pelo Óxido-Porco e Óxido-Vaca (ambos ~24%). O Óxido-Porco também se destacou pela presença de magnésio (Mg) (11,4%) e estrôncio (Sr) (0,2%), elementos que, juntamente com o cálcio, possivelmente confere um caráter alcalino. O Óxido-Ovelha, por sua vez, apresentou uma predominância de silício (Si) (19,5%) e baixos níveis de cálcio e magnésio, o que tende a indicar um caráter ácido, tornando-o potencialmente útil para reações de transesterificação de óleos com alta acidez. A presença simultânea de cálcio (alcalino) e silício (ácido) em alguns catalisadores, como o Óxido-Cabra (Ca 18,7%, Si 6,9%), pode estar associado a um caráter de acidez mista, que pode ser vantajoso para a conversão de óleos comestíveis e não comestíveis em biodiesel.

Essas considerações da composição metálica presentes no Quadro 3, em combinação com o espectro de FTIR dos esterco calcinados (Fig. 8) e do DRX (Fig. 9), pode ser resumida no Quadro 6. Esse quadro que traz a composição metálica mais relevante desses catalisadores, no que tange às considerações sobre o caráter ácido/alcalino dos óxidos, combinando com o rendimento da síntese do biodiesel (presente do Quadro 4). Pode-se perceber mais claramente

que os maiores rendimentos na síntese do biodiesel metílico de soja, foram obtidos nos possíveis extremos de acidez dos catalisadores. Ou seja, os que se apresentavam mais indicação de caráter ácido (ovelha=78,1%) ou alcalino (galinha=65,5%) apresentaram maiores rendimentos, ao passo que quanto mais indica uma mista acidez do catalisador, levando em consideração sua composição metálica, menor era seu rendimento de reação.

Quadro 6 - Dados de rendimento da síntese do biodiesel comparados a composição metálica dos óxidos.

↑ basicidade ↓ acidez	Óxidos	Ca (%)	Mg (%)	P (%)	K (%)	Si (%)	Rendimento na síntese do biodiesel (%)
		Galinha	33,2 [#]	0,6	9,0	0,5	3,1
	Porco	24,2 ^{#*}	11,4	11,5	0,9	0,2	49,8
	Vaca	24,1 [*]	0,4	12,1	6,3	3,2	40,1
	Cabra	18,7 [*]	4,3	6,9	0,7	6,9	44,1
	Ovelha	1,1 [*]	-	0,8	11,6	19,5	78,1

[#] Cálcio presente no CaO. ^{*} Cálcio presente no β -TCP.

Fonte: Autora, 2025.

Observa-se, também, no Quadro 6 que a natureza cristalina do cálcio pode estar influenciando no rendimento da síntese do biodiesel. Percebe-se que o Óxido-Galinha apresentava majoritariamente o cálcio na forma de CaO, de acordo com o DRX (Fig. 9) e o FTIR (Fig. 8). O Óxido-Porco apresentava uma mistura do CaO com o cálcio presente no β -TCP, enquanto os demais catalisadores apresentaram basicamente esse último. Como o Óxido-Ovelha basicamente não tinha cálcio, esse fator se torna irrelevante, prevalecendo o caráter ácido devido a composição majoritária de Si.

A análise de FTIR dos catalisadores recuperados após a reação de síntese do biodiesel revelou a formação de gliceroxido de cálcio. Essa espécie intermediária, sendo mais reativa e estável que o CaO, está relacionada a um maior percentual de conversão dos triglicerídeos em ésteres metílicos de ácidos graxos, indicando a atuação eficaz dos catalisadores à base de esterco no processo de transesterificação.

A eficiência catalítica dos catalisadores heterogêneos na síntese do biodiesel pode ser comprovada ao se perceber a formação da glicerina ao término de 5 h de refluxo, à análise de CCD e aos espectros de FTIR em todas as reações. Ao término da reação, foi possível recuperar o catalisador heterogêneo de todas as reações e o biodiesel final apresentou-se na cor amarelo claro translúcido. O rendimento (% m/m) na obtenção do biodiesel utilizando os catalisadores apresentou a seguinte ordem: ovelha>galinha>porco>cabra>vaca.

Em suma, os resultados indicam que os esterco de animais rurais, após calcinação, são promissores como precursores de catalisadores heterogêneos para a produção de biodiesel. A composição elementar dos esterco calcinados influencia diretamente suas propriedades catalíticas e, conseqüentemente, sua eficiência na reação de transesterificação, destacando o potencial da valorização de biorresíduos para a produção de biocombustíveis de forma sustentável e econômica.

7 REFERÊNCIAS

ADERIBIGBE, F. A.; SAKA, H. B.; MUSTAPHA, S. I.; AMOSA, M. K.; SHIRU, S.; TIJANI, I. A.; BABATUNDE, E. O.; BELLO, B. T. Waste cooking oil conversion to biodiesel using solid bifunctional catalysts. **ChemBioEng Reviews**, v. 10, p. 1-19, mar. 2023.

ALSAIARI, R. A.; MUSA, E. M.; RIZK, M. A. Effects of calcination temperature of eggshell-derived CaO as a catalyst for biodiesel production from waste cooking oil. **S. Afr. J. Chem.**, v. 77, p. 30–35, 2023.

AREMANDA, R. B.; DEBRETSION, S.; TESFALEM, S.; MENGHISTEAB, R. Competence of cow manure as a sustainable feedstock for bioenergy and biofertilizer production. **International Journal on Food, Agriculture, and Natural Resources**, v. 4, n. 2, p. 59-67, jun. 2023.

ASAAD, S. M.; INAYAT, A.; JAMIL, F.; OLIVEIRA, C.; SHANABLEH, A. Otimização da produção de biodiesel a partir de óleo de cozinha usado: um catalisador verde preparado a partir de resíduos de vidro e ossos de animais. **Energias**, v. 16, n. 2322, 2023.

ATKINS, P.; JONES, L. *Princípios de Química: questionando a vida moderna e o meio ambiente*. 5. ed. Porto Alegre: Bookman, 2012.

BANSAL, K.; MCCRADY, J.; HANSEN, A.; BHALERAO, K. Thin layer chromatography and image analysis to detect glycerol in biodiesel. **Fuel**, v. 87, n. 15-16, p. 3369–3372, 2008.

BASKAR, G.; AISWARYA, R.; SOUMIYA, S.; MOHANAPRIYA, N.; NIVETHA, S. R. Recent advances in heterogeneous catalysts for biodiesel production. **Journal of Energy and Environmental Sustainability**, Chennai, v. 4, n. 1, p. 1-5, out. 2017.

BASUMATARY, S. F.; BRAHMA, S.; HOQUE, M.; DAS, B. K.; SELVARAJ, M.; BRAHMA, S.; BASUMATARY, S. Advances in CaO-based catalysts for sustainable biodiesel synthesis. **Green Energy and Resources**, v. 1, n. 3, p. 100032, 2023.

CARDOSO, C. C.; CAVALCANTI, A. S.; SILVA, R. O.; JUNIOR, S. A.; SOUZA, F. P.; PASA, V. M. D.; ARIAS, S.; PACHECO, J. G. A. Residue-based CaO heterogeneous catalysts from crab and mollusk shells for FAME production via transesterification. **J. Braz. Chem. Soc.**, v. 31, n. 4, p. 756-767, 2020.

CASTELLANOS, I. C.; MORENO, E. A.; MOLINA, P. M. V.; BEJARANO, A. M. An interference free absorption in the mid-infrared to follow the obtaining of biodiesel by transesterification of waste frying oils. **Momento, Revista de Física**, n. 67, p. 39, jul./dez. 2023.

DI SERIO, M.; TESSER, R.; PENGMEI, L.; SANTACESARIA, E. Heterogeneous catalysts for biodiesel production. **Energy & Fuels**, v. 22, n. 1, p. 207–217, 2008.

DUARTE, V. H.; VALENTINI, M. H. K.; SANTOS, G. B.; NADALETTI, W. C.; VIEIRA, B. Biocombustíveis: uma revisão sobre o panorama histórico, produção e aplicações do biodiesel. **Meio Ambiente (Brasil)**, v. 4, n. 2, p. 50-68, 2022.

ERDOGDU, A. E.; POLAT, R.; OZBAY, G. Pyrolysis of goat manure to produce bio-oil. **Engineering Science and Technology, an International Journal**, 2018.

FONSECA, S. C. da; FREITAS, R. B.; SOTILES, A. R.; SCHEMCZSEN-GRAEFF, Z.; MIRANDA, I. M. de A.; BISCAIA, S. M. P.; WYPYCH, F.; TRINDADE, E. da S.; LEÃO, M. P.; ZIELAK, J. C.; FRANCO, C. R. C. 3D scaffold of hydroxyapatite/ β tricalcium phosphate from mussel shells: synthesis, characterization and cytotoxicity. **Heliyon**, v. 11, n. 1, e41585, 2025.

GUO, J.; ZHENG, L.; LI, Z.; ZHOU, X.; CHENG, S.; ZHANG, L.; ZHANG, Q. Effects of various pyrolysis conditions and feedstock compositions on the physicochemical characteristics of cow manure-derived biochar. **Journal of Cleaner Production**, v. 311, 127458, 2021.

INTERNATIONAL ENERGY AGENCY. *Global Energy Review 2025*. Paris: IEA, 2025. Disponível em: <https://www.iea.org/reports/global-energy-review-2025>. Acesso em: 31 ago. 2025.

JUNG, S.; KIM, M.; JUNG, J.-M.; KWON, E. E. Valorization of swine manure biochar as a catalyst for transesterifying waste cooking oil into biodiesel. **Environmental Pollution**, n. 115377, 2020.

KOUZU, M.; KASUNO, T.; TAJIKA, M.; SUGIMOTO, Y.; YAMANAKA, S.; HIDAKA, J. Calcium oxide as a solid base catalyst for transesterification of soybean oil and its application to biodiesel production. **Fuel**, v. 87, n. 12, p. 2798-2806, 2008.

LADEIRA, L. P.; RIBEIRO, S. P.; PETRAGLIA, F. F. N.; GUIMARÃES, E. F.; PEREIRA, C. S. S. Reaproveitamento do óleo residual de fritura para a produção de biodiesel via catálise

ácida e básica. In: *CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA QUÍMICA EM INICIAÇÃO CIENTÍFICA*, 13., 2019, São Paulo. Anais [...]. São Paulo: Blucher, 2019. p. 1372-1378.

LANI, N. S.; NGADI, N.; INUWA, I. M. New route for the synthesis of silica-supported calcium oxide catalyst in biodiesel production. **Renewable Energy**, v. 156, p. 1266-1277, 2020.

LANI, N. S.; NGADI, N.; YAHYA, N. Y.; RAHMAN, R. A. Synthesis, characterization and performance of silica impregnated calcium oxide as heterogeneous catalyst in biodiesel production. **Journal of Cleaner Production**, v. 146, p. 116-124, 2017.

LEÓN-REINA, L.; CABEZA, A.; RIUS, J.; MAIRELES-TORRES, P.; ALBA-RUBIO, A. C.; GRANADOS, M. Structural and surface study of calcium glyceroxide, an active phase for biodiesel production under heterogeneous catalysis. **Journal of Catalysis**, v. 300, p. 30-36, 2013.

LIMA, J. R. O.; SILVA, R. B.; SILVA, C. C. M.; SANTOS, L. S. S.; SANTOS JUNIOR, J. R.; MOURA, E. M.; MOURA, C. V. R. Biodiesel de babaçu (*Orbignya sp.*) obtido por via etanoica. **Química Nova**, v. 30, p. 600, 2007.

MANEERUNG, T.; KAWI, S.; DAI, Y.; WANG, C.-H. Sustainable biodiesel production via transesterification of waste cooking oil by using CaO catalysts prepared from chicken manure. **Energy Conversion and Management**, v. 123, p. 487–497, 2016.

MARTINS, M. V. A.; REIS, M. E. S.; RODRIGUES, B. G.; OLIVEIRA, J. P. C. Síntese e caracterização espectroscópica do dióxido de silício (SiO_2) obtido a partir da calcinação do bagaço da cana-de-açúcar. **Revista Processos Químicos**, v. 18, n. 37, p. 75-82, jul./dez. 2024.

MOHADESI, M.; GOURAN, A.; GHADMAKHEIR, I. M. A biodiesel production using waste cooking oil and heterogeneous phosphate-based catalysts. **Journal of Renewable Energy and Environment (JREE)**, v. 12, n. 1, p. 90-97, 2025.

MULYANI, Y.; NURHAYATI; AWALUDDIN, A. Effect of acidity, basicity, heterogeneous CaO/silica gel catalyst from biomass waste on biodiesel yield from crude palm oil. **al Kimiya: Jurnal Ilmu Kimia dan Terapan**, v. 11, n. 2, p. 122-131, dez. 2024.

NAGY, G.; TAKÁCS, A.; KÁLLAY, A. A. The energy aspects of biogas production from sheep manure. In: *EUROPEAN COMBUSTION MEETING*, 2019, Lisboa. *Proceedings of the European Combustion Meeting*. Miskolc: University of Miskolc, 2019. p. 1-4.

NIU, S.; et al. Investigation on thermal degradation properties of oleic acid and its methyl and ethyl esters through TG-FTIR. **Energy Conversion and Management**, v. 149, p. 495-504, 2017.

PINHO, D. M. M.; SUAREZ, P. A. Z. Do óleo de amendoim ao biodiesel: histórico e política brasileira para o uso energético de óleos e gorduras. **Revista Virtual de Química**, v. 9, n. 1, p. 39-51, 2017.

RAMOS, L. P.; KOTHE, V.; CÉSAR-OLIVEIRA, M. A. F.; MUNIZ-WYPICH, A. S.; NAKAGAKI, S.; KRIEGER, N.; WYPICH, F.; CORDEIRO, C. F. Biodiesel: matérias-primas, tecnologias de produção e propriedades combustíveis. **Revista Virtual de Química**, v. 9, n. 1, p. 317-369, 2017.

8 APÊNDICES

Tabela 1: Secagem – Esterco de Galinha

Amostra	Vidraria (g)	Vidraria + Amostra (g)	Massa Úmida (g)	1° secagem	Massa Seca (g)
EG1	98,0618	137,014	38,9522	134,6303	36,5685
EG2	99,1059	132,5151	33,4092	129,4021	30,2962
EG3	99,9196	154,1582	54,2386	149,1124	49,1928
EG4	98,4148	142,7905	44,3757	138,634	40,2192
EG5	100,157	141,9815	41,8245	138,4981	38,3411
EG6	99,9502	140,169	40,2188	135,0129	35,0627
EG7	100,0131	146,8716	46,8585	141,2359	41,2228
EG8	99,3775	150,2641	50,8866	146,1451	46,7676
EG9	100,2415	129,4655	29,224	126,9423	26,7008
Total			379,9881		344,3717

2° secagem (g)	Massa Seca (g)	3° secagem (g)	Massa Seca (g)	4° secagem (g)	Massa Seca (g)
130,805	32,7432	127,9956	29,9338	122,9875	24,9257
125,8998	26,7939	122,1095	23,0036	120,7534	21,6475
144,0066	44,087	140,1087	40,1891	137,2857	37,3661
133,1519	34,7371	127,8857	29,4709	125,8397	27,4249
135,6123	35,4553	133,849	33,692	131,9863	31,8293
130,8666	30,9164	127,3067	27,3565	125,8365	25,8863
138,5798	38,5667	133,7123	33,6992	130,3746	30,3615
141,1854	41,8079	138,4121	39,0346	135,2984	35,9209
125,1071	24,8656	123,3915	23,15	120,3849	20,1434
	309,9731		279,5297		255,5056

5° secagem (g)	Massa Seca (g)
120,9275	22,8657
118,6109	19,505
135,5929	35,6733
123,177	24,7622
130,1735	30,0165
124,6325	24,6823
132,2187	32,2056
132,0742	32,6967
119,9051	19,6636
	242,0709

EG: Esterco de galinha.

Tabela 2: Secagem – Esterco de Porco

Amostra	Vidrarias (g)	Vidraria + Amostra (g)	Massa Úmida (g)	1º pesagem (g)	Massa Seca (g)
EP1	98,0618	137,2780	39,2162	133,045	34,9832
EP2	99,1059	158,6890	59,5831	152,2549	53,1490
EP3	99,9196	148,9508	49,0312	143,6582	43,7386
EP4	98,4148	146,0938	47,6790	141,0903	42,6755
EP5	100,157	144,0761	43,9191	140,7853	40,6283
EP6	99,9502	144,9470	44,9968	140,969	41,0188
EP7	100,0131	152,2198	52,2067	147,8173	47,8042
EP8	99,3775	155,5445	56,1670	149,5009	50,1234
EP9	100,2415	149,2838	49,0423	144,3947	44,1532
EP10	99,7347	145,0452	45,3105	140,762	41,0273
EP11	98,3262	143,0800	44,7538	138,8669	40,5407
EP12	99,5584	141,8446	42,2862	137,745	38,1866
EP13	99,6	158,84	59,24	152,172	52,5720
Total			633,4319		570,6008

2º pesagem (g)	Massa Seca (g)	3º pesagem (g)	Massa Seca (g)	4º pesagem (g)	Massa Seca (g)
129,157	31,0952	126,3921	28,3303	125,7444	27,6826
148,3588	49,2529	143,1765	44,0706	141,6016	42,4957
139,8996	39,9800	136,9878	37,0682	135,7492	35,8296
137,0486	38,6338	133,2358	34,8210	132,0938	33,6790
136,9568	36,7998	133,1390	32,9820	131,9256	31,7686
136,9988	37,0486	130,7650	30,8148	132,4620	32,5118
143,9538	43,9407	139,2303	39,2172	138,0052	37,9921
143,0706	43,6931	142,2458	42,8683	140,9671	41,5896
140,8409	40,5994	138,0127	37,7712	136,5481	36,3066
135,8782	36,1435	134,6759	34,9412	132,5780	32,8433
135,3624	37,0362	132,8769	34,5507	130,0108	31,6846
136,8967	37,3383	135,2540	35,6956	133,2672	33,7088
151,9879	52,3879	150,0767	50,4767	148,2416	48,6416
	523,9494		483,6078		466,7339

5º pesagem (g)	Massa Seca (g)
109,5954	27,6826
116,1933	42,4957
113,1212	35,8296

112,4148	33,6790
112,3075	31,7686
112,4352	32,5118
114,2277	37,9921
113,9549	41,5896
112,9772	36,3066
112,2019	32,8433
111,3954	31,6846
108,1358	33,7088
110,1984	48,6416

466,7339

EP: Esterco de porco.

Tabela 3: Secagem – Esterco de Cabra

Amostra	Vidraria (g)	Vidraria + Amostra (g)	Massa Úmida (g)	1° pesagem (g)	Massa Seca (g)
EC1	99,346	115,8812	16,5352	114,5143	15,1683
EC2	99,346	114,0208	14,6748	112,2584	12,9124
EC3	99,346	119,0602	19,7142	118,7392	19,3932
EC4	99,346	117,7822	18,4362	116,2659	16,9199
EC6	99,346	119,2301	19,8841	118,1087	18,7627
EC7	99,346	118,0319	18,6859	115,747	16,4010
EC8	99,346	115,3414	15,9954	113,7847	14,4387
EC9	99,346	117,1721	17,8261	115,7108	16,3648
EC10	99,346	116,3666	17,0206	114,4643	15,1183
EC11	99,346	109,4765	10,1305	108,8571	9,5111
Total			168,9030		154,9904

2° pesagem (g)	Massa Seca (g)
113,2144	13,8684
111,9073	12,5613
116,5716	17,2256
115,2659	15,9199
117,0018	17,6558
115,67	16,3240
113,7725	14,4265
114,5564	15,2104
114,3994	15,0534
107,6357	8,2897

146,5350

EC: Esterco de Cabra.

Tabela 4: Secagem – Esterco de Vaca

Amostra	Vidraria (g)	Vidraria + Amostra (g)	Massa Úmida (g)	1° Pesagem (g)	Massa Seca (g)
EV1	98,146	189,936	91,79	176,281	78,135
EV2	99,209	199,634	100,425	180,497	81,288
EV3	98,063	214,909	116,846	199,060	100,997
EV4	99,388	225,569	126,181	208,210	108,822
EV5	100,063	208,459	108,396	196,839	96,776
EV6	100,014	196,813	96,799	183,364	83,350
EV7	100,109	199,446	99,337	180,510	80,401
EV8	99,43	205,683	106,253	192,681	93,251
Total			846,027		723,020

2° Pesagem (g)	Massa Seca (g)	3° Pesagem (g)	Massa Seca (g)	4° Pesagem (g)	Massa Seca (g)
164,143	65,997	141,352	43,206	128,462	30,316
163,765	64,556	146,791	47,582	135,149	35,94
181,569	83,506	166,859	68,796	149,459	51,396
192,509	93,121	168,946	69,558	150,634	51,246
182,99	82,927	167,113	67,05	153,405	53,342
168,678	68,664	154,717	54,703	142,542	42,528
169,658	69,549	145,727	45,618	134,374	34,265
176,367	76,937	152,342	52,912	141,783	42,353
	605,257		449,425		341,386

5° Pesagem (g)	Massa Seca (g)	6° Pesagem (g)	Massa Seca (g)	7° Pesagem (g)	Massa Seca (g)
121,163	23,017	118,558	20,412	116,561	18,415
124,832	25,623	120,909	21,7	110,257	11,048
140,879	42,816	131,824	33,761	121,992	23,929
142,874	43,486	137,579	38,191	125,505	26,117
145,686	45,623	136,293	36,23	125,205	25,142
134,542	34,528	120,293	20,279	118,976	18,962
125,267	25,158	121,303	21,194	117,265	17,156
135,239	35,809	128,771	29,341	125,982	26,552
	276,06		221,108		167,321

EV: Esterco de vaca.

Tabela 5: Secagem – Esterco de Ovelha

Amostra	Vidraria (g)	Vidraria + Amostra (g)	Massa Úmida (g)	1° Pesagem (g)	Massa Seca (g)
EO1	98,146	141,689	43,543	135,234	37,088
EO2	99,209	137,679	38,47	133,629	34,42
EO3	98,063	132,9	34,837	127,819	29,756
EO4	99,388	132,271	32,883	127,35	27,962
EO5	100,063	143,485	43,422	137,577	37,514
EO6	100,014	142,629	42,615	136,067	36,053
EO7	100,109	142,085	41,976	135,519	35,41
EO8	99,43	146,373	46,943	139,629	40,199
EO9	98,019	151,542	53,523	142,648	44,629
Total			386,222		323,031

2° Pesagem (g)	Massa Seca (g)
128,361	30,215
126,452	27,243
123,384	25,321
123,227	23,839
131,601	31,538
130,414	30,4
131,241	31,132
133,864	34,434
135,28	37,261
	271,383

EO: Esterco de ovelha.

Tabela 6: Calcinação – Esterco de Galinha

Amostra	1° Calcinação			Amostra	2° Calcinação		
	MS (g)	MC (g)	R (%)		MS (g)	MC (g)	R (%)
G1	0,468	0,276	58,9744	G8	0,43	0,248	57,6744
G2	0,361	0,219	60,6648	G9	0,35	0,205	58,5714
G3	0,43	0,271	63,0233	G10	0,407	0,228	56,0197
G4	0,415	0,241	58,0723	G11	0,37	0,213	57,5676
G5	0,429	0,253	58,9744	G12	0,407	0,242	59,4595
G6	0,434	0,247	56,9124	G13	0,422	0,234	55,4502
G7	0,438	0,268	61,1872	G14	0,321	0,186	57,9439

3° Calcinação				4° Calcinação			
Amostra	MS (g)	MC (g)	R (%)	Amostra	MS (g)	MC (g)	R (%)
G15	0,438	0,298	68,0365	G20	0,373	0,22	58,9812
G16	0,432	0,244	56,4815	G21	0,293	0,173	59,0444
G17	0,372	0,225	60,4839	G22	0,315	0,192	60,9524
G18	0,418	0,246	58,8517	G23	0,37	0,221	59,7297
G19	0,4	0,234	58,5000	G24	0,372	0,227	61,0215
				G25	0,368	0,221	60,0543
				G26	0,38	0,225	59,2105
				G27	0,362	0,214	59,1160
				G28	0,28	0,174	62,1429
				G29	0,352	0,206	58,5227

MS: Massa Seca; MC: Massa Calcinação; R: Rendimento.

Tabela 7: Calcinação – Esterco de Porco

1° Calcinação				2° Calcinação			
Amostra	MS (g)	MC (g)	R (%)	Amostra	MS (g)	MC (g)	R (%)
P1	0,448	0,314	70,0893	P6	0,385	0,316	82,0779
P2	0,404	0,286	70,7921	P7	0,466	0,359	77,0386
P3	0,528	0,364	68,9394	P8	0,44	0,335	76,1364
P4	0,484	0,334	69,0083	P9	0,447	0,387	86,5772
P5	0,402	0,295	73,3831	P10	0,474	0,413	87,1308
				P11	0,416	0,362	87,0192

3° Calcinação				4° Calcinação			
Amostra	MS (g)	MC (g)	R (%)	Amostra	MS (g)	MC (g)	R (%)
P12	0,426	0,392	92,0188	P20	0,396	0,322	81,3131
P13	0,444	0,302	68,0180	P21	0,412	0,338	82,0388
P14	0,332	0,28	84,3373	P22	0,361	0,301	83,3795
P15	0,489	0,414	84,6626	P23	0,395	0,32	81,0127
P16	0,44	0,32	72,7273	P24	0,362	0,299	82,5967
P17	0,415	0,318	76,6265	P25	0,384	0,314	81,7708
P18	0,381	0,263	69,0289	P26	0,399	0,331	82,9574
P19	0,437	0,303	69,3364	P27	0,435	0,367	84,3678
				P28	0,435	0,365	83,9080
				P29	0,431	0,365	84,6868

MS: Massa Seca; MC: Massa Calcinação; R: Rendimento.

Tabela 8: Calcinação – Esterco de Cabra

1º Calcinação				2º Calcinação			
Amostra	MS (g)	MC (g)	R (%)	Amostra	MS (g)	MC (g)	R (%)
C1	0,366	0,341	93,1694	C8	0,464	0,395	85,1293
C2	0,385	0,352	91,4286	C9	0,557	0,484	86,8941
C3	0,437	0,412	94,2792	C10	0,414	0,351	84,7826
C4	0,393	0,363	92,3664	C11	0,506	0,436	86,1660
C5	0,601	0,542	90,1830	C12	0,557	0,474	85,0987
C6	0,535	0,487	91,0280	C13	0,434	0,37	85,2535
C7	0,51	0,479	93,9216	C14	0,491	0,431	87,7800
				C15	0,47	0,398	84,6809
				C16	0,566	0,48	84,8057
				C17	0,435	0,371	85,2874
				C18	0,492	0,418	84,9593

3º Calcinação				4º Calcinação			
Amostra	MS (g)	MC (g)	R (%)	Amostra	MS (g)	MC (g)	R (%)
C19	0,426	0,416	97,6526	C30	0,409	0,355	86,7971
C20	0,668	0,587	87,8743	C31	0,411	0,365	88,8078
C21	0,638	0,591	92,6332	C32	0,468	0,409	87,3932
C22	0,734	0,639	87,0572	C33	0,429	0,38	88,5781
C23	0,731	0,632	86,4569	C34	0,362	0,326	90,0552
C24	0,51	0,441	86,4706	C35	0,422	0,39	92,4171
C25	0,65	0,565	86,9231	C36	0,456	0,412	90,3509
C26	0,788	0,688	87,3096	C37	0,482	0,412	85,4772
C27	0,78	0,687	88,0769	C38	0,488	0,422	86,4754
C28	0,528	0,468	88,6364	C39	0,455	0,399	87,6923
C29	0,745	0,628	84,2953	C40	0,578	0,51	88,2353

MS: Massa Seca; MC: Massa Calcinação; R: Rendimento.

Tabela 9: Calcinação – Esterco de Vaca

1º Calcinação				2º Calcinação			
Amostra	MS (g)	MC (g)	R (%)	Amostra	MS (g)	MC (g)	R (%)
V1	0,501	0,428	85,4291	V9	0,521	0,469	90,0192
V2	0,452	0,387	85,6195	V10	0,471	0,429	91,0828
V3	0,378	0,32	84,6561	V11	0,486	0,433	89,0947
V4	0,377	0,339	89,9204	V12	0,572	0,511	89,3357

V5	0,437	0,385	88,1007
V6	0,452	0,395	87,3894
V7	0,437	0,391	89,4737
V8	0,399	0,352	88,2206

3° Calcinação				4° Calcinação			
Amostra	MS (g)	MC (g)	R (%)	Amostra	MS (g)	MC (g)	R (%)
V13	0,308	0,286	92,8571	V24	0,41	0,373	90,9756
V14	0,28	0,265	94,6429	V25	0,393	0,35	89,0585
V15	0,304	0,292	96,0526	V26	0,437	0,395	90,3890
V16	0,284	0,26	91,5493	V27	0,389	0,348	89,4602
V17	0,287	0,268	93,3798	V28	0,465	0,416	89,4624
V18	0,244	0,229	93,8525	V29	0,348	0,311	89,3678
V19	0,287	0,267	93,0314	V30	0,385	0,339	88,0519
V20	0,315	0,29	92,0635	V31	0,416	0,373	89,6635
V21	0,302	0,284	94,0397	V32	0,381	0,338	88,7139
V22	0,293	0,269	91,8089	V33	0,377	0,341	90,4509
V23	0,232	0,212	91,3793	V34	0,378	0,34	89,9471

MS: Massa Seca; MC: Massa Calcinação; R: Rendimento.

Tabela 10: Calcinação – Esterco de Ovelha

1° Calcinação				2° Calcinação			
Amostra	MS (g)	MC (g)	R (%)	Amostra	MS (g)	MC (g)	R (%)
O1	0,557	0,373	66,9659	O8	0,405	0,266	65,6790
O2	0,523	0,346	66,1568	O9	0,57	0,42	73,6842
O3	0,479	0,324	67,6409	O10	0,503	0,469	93,2406
O4	0,577	0,384	66,5511				
O5	0,55	0,371	67,4545				
O6	0,507	0,334	65,8777				
O7	0,484	0,329	67,9752				

3° Calcinação			
Amostra	MS (g)	MC (g)	R (%)
O11	0,38	0,294	77,3684
O12	0,456	0,299	65,5702
O13	0,568	0,359	63,2042
O14	0,468	0,342	73,0769
O15	0,285	0,171	60,0000
O16	0,485	0,316	65,1546

O17	0,4	0,252	63,0000
O18	0,471	0,315	66,8790
O19	0,561	0,372	66,3102
O20	0,408	0,233	57,1078
O21	0,484	0,325	67,1488
O22	0,463	0,319	68,8985
O23	0,59	0,396	67,1186

MS: Massa Seca; MC: Massa Calcinação; R: Rendimento.